

MEMBRANAS FABRICADAS A PARTIR DE CRISTALES COLOIDALES



Gustavo Herman Suita

Septiembre 2011

Membranas fabricadas a partir de cristales coloidales

| | |
|---|----|
| Introducción | 4 |
| Proceso de fabricación | 4 |
| Síntesis de partículas | 5 |
| Purificación del SiO_2 | 6 |
| Obtención de sílice en suspensión | 6 |
| Filtración | 7 |
| Baño de Sílice | 8 |
| Obtención de los films | 8 |
| Baño de HF y extracción de membranas | 9 |
| Comprobaciones de fabricación | 9 |
| Microscópico electrónico de barrido (SEM) | 9 |
| Partículas de SiO_2 | 10 |
| Membranas | 10 |
| Dispersión de luz dinámica (DLS) | 11 |
| Área superficial | 12 |
| Área superficial teórica | 12 |
| Área superficial empírica: | 13 |
| Permeabilidad | 16 |
| Proceso práctico: | 16 |
| Obtención de K: | 17 |
| Aplicación en membranas: | 18 |
| Experiencias prácticas | 18 |
| Membrana de 300nm de diámetro con superficie efectiva de $0,36 \text{ cm}^2$ | 18 |
| Membrana de 300nm de diámetro con superficie efectiva de $0,25 \text{ cm}^2$ | 20 |
| Membrana de 500nm de diámetro con superficie efectiva de $0,385 \text{ cm}^2$ | 23 |
| Contrastando resultados | 24 |
| Pruebas de área superficial | 24 |
| Pruebas de hinchamiento | 25 |

| | |
|---|----|
| Permeabilidad de nuevas membranas..... | 27 |
| Membranas con mayor grado de entrecruzamiento y 500nm de diámetro | 28 |
| Membranas con mayor grado de entrecruzamiento y 300nm de diámetro | 29 |
| Retención de macromoléculas..... | 30 |
| Desprendimiento de membrana..... | 34 |
| Conclusiones | 36 |
| Anexo | 37 |
| Resultados primer estudio de área superficial..... | 37 |
| Resultados segundo estudio de área superficial..... | 49 |
| Resultados tercer estudio de área superficial..... | 54 |
| Resultados quinto estudio de área superficial..... | 60 |
| Tablas de datos | 69 |
| Bibliografía | 72 |
| Agradecimientos | 73 |

Introducción

Las membranas poliméricas fabricadas a partir de cristales coloidales, poseen excelentes propiedades en lo referente a su área específica y selectividad. Los depósitos de nano -partículas de diferentes tamaños ordenados por capas permiten obtener membranas asimétricas, cuyo tamaño de poro está relacionado con los diámetros de las partículas del depósito y la viscosidad del monómero precursor utilizado.

Este tipo de estructuras tienen especial aplicación en sensores y nano-reactores.

Se realizará la caracterización morfológica de los poros, y se medirán sus propiedades como filtro: permeabilidad y selectividad en la separación.

El objetivo del proyecto es investigar la relación entre las características de las partículas usadas para fabricar las plantillas y las propiedades de la membrana obtenida.

Proceso de fabricación

La técnica utilizada para la creación de las membranas fue la técnica del auto ensamblado.

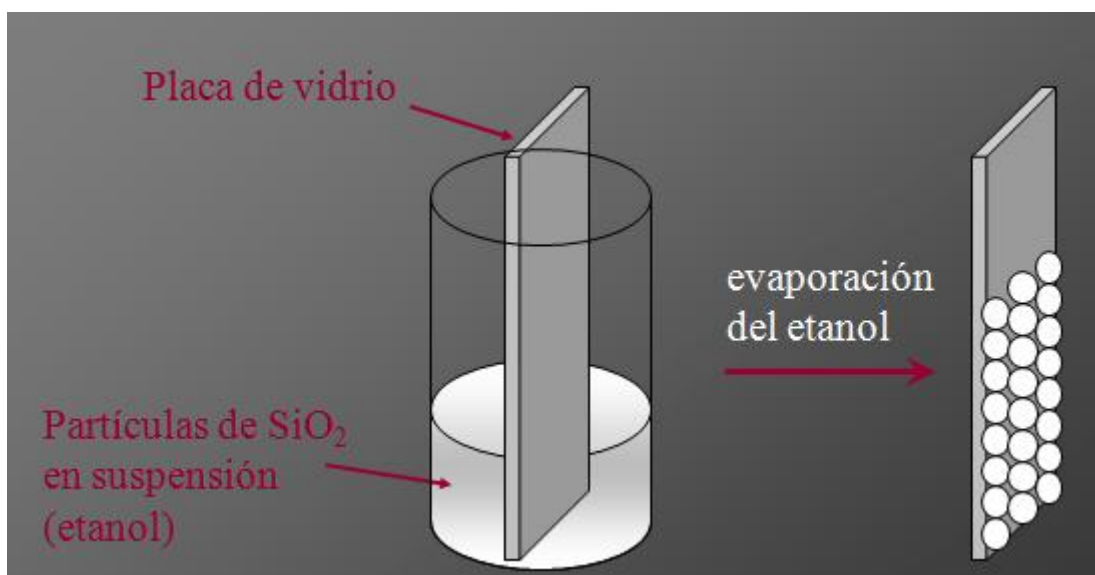


Figura 1: Esquema autoensamblado

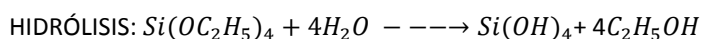
Para ello, se utilizó un soporte de vidrio que se introdujo en una suspensión de partículas de sílice de concentración conocida en metanol. A continuación, se dejó evaporar el solvente para obtener los depósitos.

Una vez obtenidos, se los recubrió con otros soportes y se infiltraron con una solución de monómero y posterior polimerización. Finalmente, el sistema se sumergió en una solución de HF para eliminar las partículas de sílice y obtener la estructura porosa.

Síntesis de partículas

En primer lugar se sintetizan las partículas mediante el proceso de sol-gel, basado en la polimerización de precursores organometálicos alcóxidos. La polimerización controlada da como resultado geles que permiten elaborar materiales con facilidad.

El proceso sol-gel parte de la obtención de partículas coloidales en suspensión poliméricas menores a 100nm de diámetro, dicha obtención está basada en una hidrólisis y una condensación de precursores metal orgánicos. En el caso del Sílice, el precursor más utilizado es el tetraetiltrióxosilano (TEOS) cuyas reacciones de hidrólisis y condensación son;



El progreso de la reacción de condensación da lugar finalmente a la formación de un gel, que consiste en este caso en una red de enlaces Si-O-Si interconectada en tres dimensiones. Para la correcta creación de las futuras membranas es necesario que las partículas crezcan en tamaño sin aglomerarse. Para ello es necesario introducir lentamente el TEOS en una solución de etanol y amonio en constante agitación. Las cantidades de etanol, amonio y TEOS serán las responsables de los diferentes tamaños de partículas.

Para obtener tamaños de partículas próximos a los 680nm es necesario usar las siguientes cantidades:

| BALÓN | | DOSIFICADOR | | | PARTÍCULA |
|-------------|-------------|-------------|-----------|---------------|---------------|
| etanol (ml) | amonio (ml) | etanol (ml) | TEOS (ml) | caudal (ml/h) | diámetro (nm) |
| 100 | 22 | 40 | 10 | 8 | 680 |

Durante esta tesis se trabaja con un abanico de membranas de entre 300 y 680nm. El tamaño en sí no importa, simplemente se deben ver las diferencias que hay entre unas membranas con un tamaño de partícula u otra. Para crear partículas de tamaños diferentes solo es necesario variar las cantidades de TEOS, amonio y/o etanol. Las cantidades exactas para cada tamaño de partícula son conocidas.

La siguiente imagen ilustra lo explicado anteriormente:



Figura 2: Dosificador y balón

Purificación del SiO_2

Se introduce el SiO_2 (en medio básico) con agua ultrapura en una membrana de diálisis con agitación suave durante 24 horas aproximadamente. Transcurridas las 24 horas se renueva el agua y se repite el proceso en 3 ocasiones.

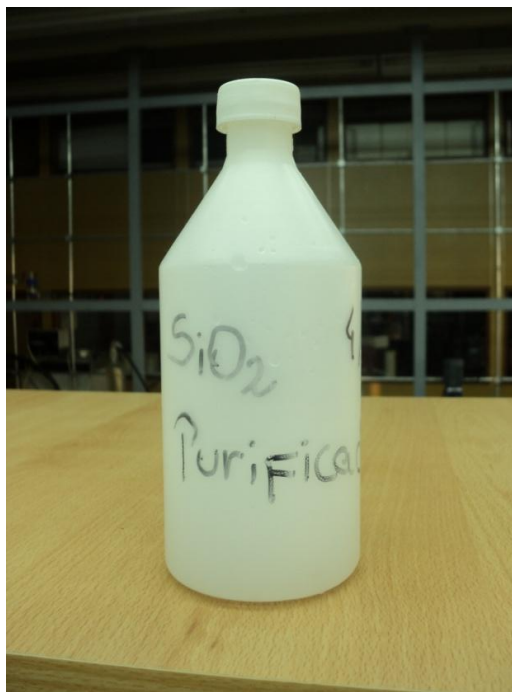


Figura 3: SiO_2 purificado

Obtención de sílice en suspensión

El SiO_2 se pasa a un tubo de ensayo diluido con etanol y se le aplican 3 centrifugaciones para eliminar el agua y añadir más etanol. Las centrifugaciones se realizan a 4.800rpm durante 40 minutos.



Figura 4: Máquina centrifugadora

Entre cada centrifugación se realiza una resuspensión de las partículas que se separaron durante la centrifugación. La resuspensión se consigue a través de ultrasonido y vibración continua mediante Vortex.



Figura 5: Ultrasonido

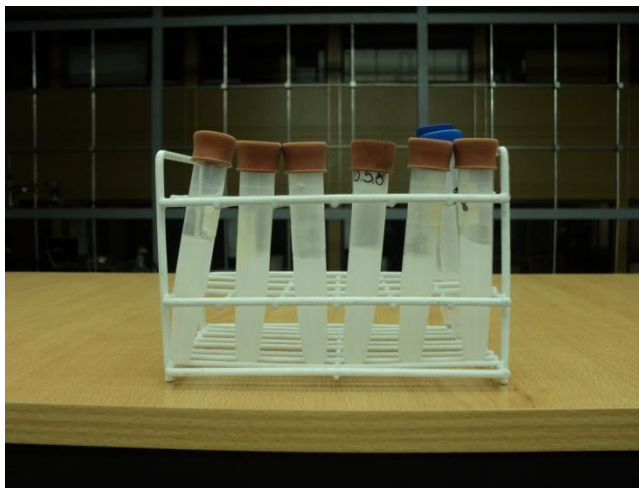


Figura 6: Muestras ionizadas

Filtración

Una vez se consiguen las partículas en suspensión de sílice se procede a la filtración de la misma para eliminar todas aquellas partículas que tienen un tamaño superior al deseado debido a la aglomeración de partículas, consiguiendo así una muestra más homogénea en lo que a tamaño de partículas se refiere.



Figura 7: Filtro

Baño de Sílice

Conseguido el baño de Sílice se procede a la introducción de soportes de vidrio. Los soportes deben de ser de vidrio para un correcto agarre superficial y para que sean capaces de soportar trabajos posteriores.



Figura 8: Soportes de vidrio bañados en Sílice

Se dejan reposar los soportes de vidrio durante 60 horas a 40° de temperatura.

Obtención de los films

Cada soporte de vidrio se juntará con otro soporte limpio en cada lado y se sellarán mediante una pinza.

Para la generación del polímero utilizado se mezclaron DEGMA y UDMA en una relación 80/20.

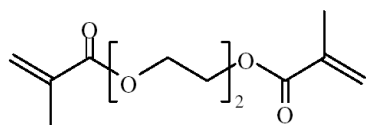


Figura 9: DEGMA

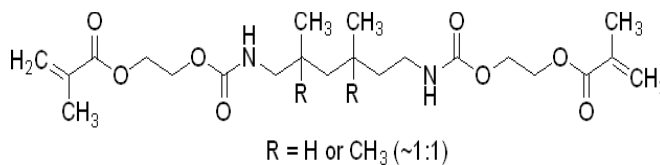


Figura 10: UDMA

Los soportes se introducirán en un baño del monómero, previamente fabricado a 80/20 de DEGMA y UDMA, que polimerizará in situ dentro del depósito de partículas de dióxido de silicio.

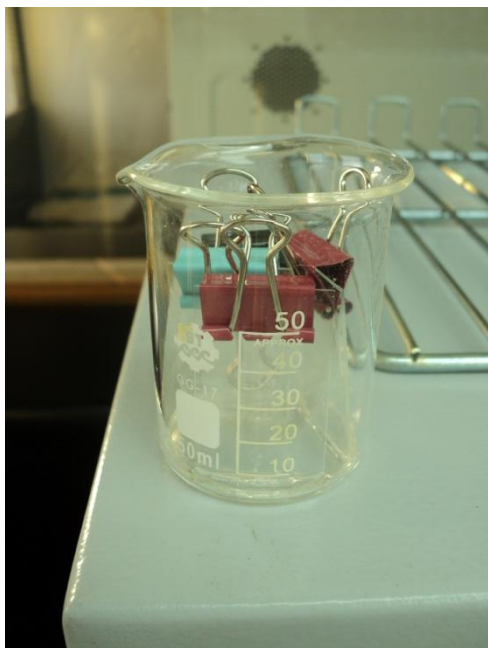


Figura 11: Soportes en baño de polímero



Figura 12: Soportes después de 2 horas en estufa

El vaso de precipitados se deja reposar durante 2 horas en la estufa a 80° de temperatura, tiempo en el cual el monómero polimeriza para formar un film poroso polimérico.

Baño de HF y extracción de membranas

Por último se separan los soportes del vaso de precipitados y se dejan reposar durante 48 horas en un baño de HF al 5%. El baño de HF consigue que todo el SiO_2 se disuelva gracias al ataque del ácido y queden únicamente las membranas poliméricas con los micro poros que se obtienen por la disolución del SiO_2

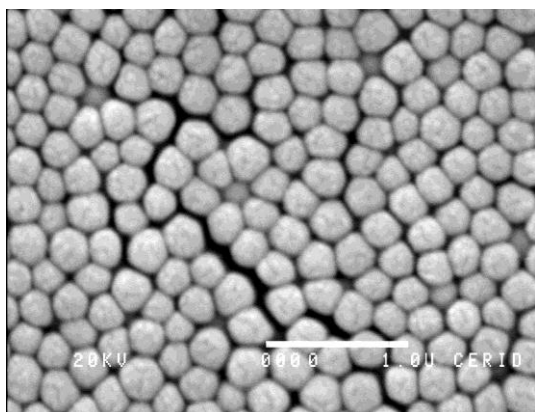
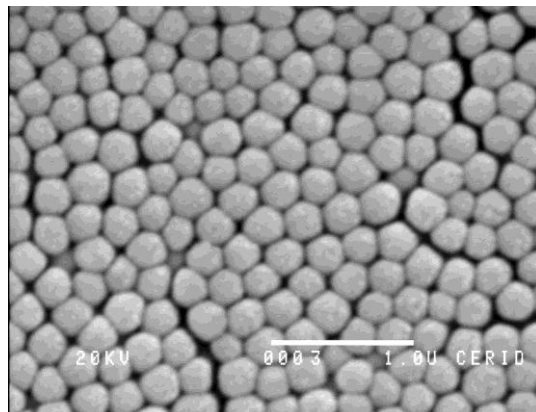
Comprobaciones de fabricación

Una vez los films se finalizan, será necesario comprobar sus características; homogeneidad, tamaño de partículas y si son mono dispersas, número de capas...

Microscópico electrónico de barrido (SEM)

Las imágenes del SEM (microscopio electrónico de barrido JEOL JSM 35C) muestran la microscopía de los films, gracias a él se puede observar el tamaño medio de poro, la homogeneidad o el número de capas, entre otras.

Partículas de SiO₂

Imagen 1: Partículas SiO₂ de 300nm de diámetroImagen 2: Partículas SiO₂ de 500nm de diámetro

Se aprecia un tamaño de partícula constante y un grado de aglomeración bajo.

Membranas

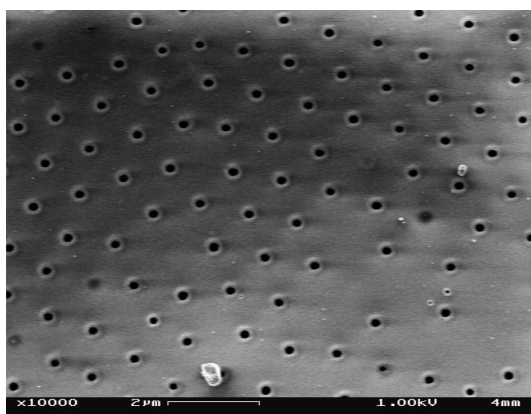


Imagen 3: Porosidad superficial

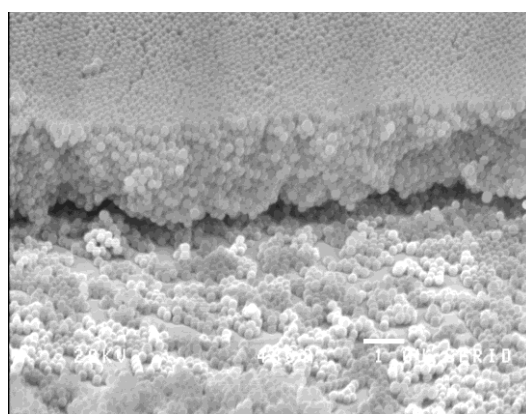


Imagen 4: Corte transversal

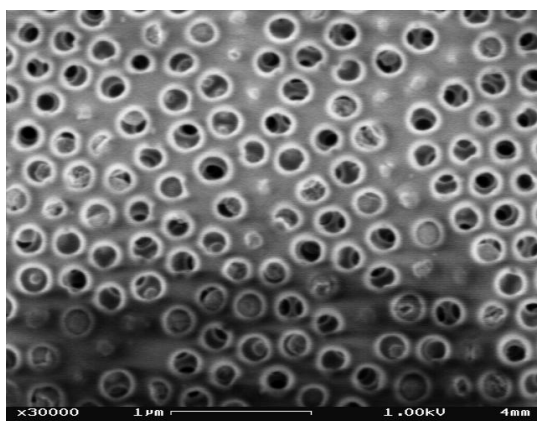


Imagen 5: Porosidad interna

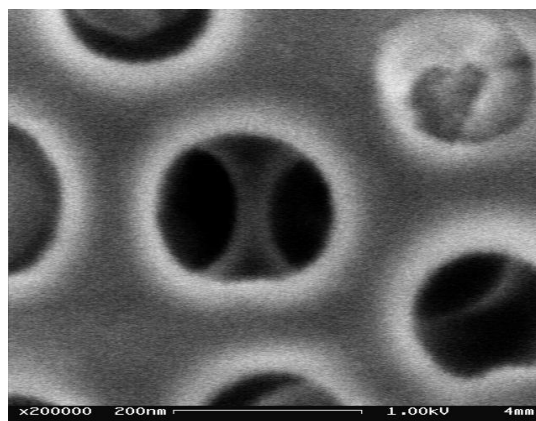


Imagen 6: Porosidad interna

Las imágenes muestran la micrografía de las membranas poliméricas obtenidas. Las cavidades que constituyen la porosidad de la membrana tienen aproximadamente las mismas dimensiones que las

partículas utilizadas. El tamaño de poro efectivo de la membrana está dado por las conexiones entre las cavidades que han dejado las partículas y estas interconexiones dependerán tanto del tamaño de la partícula como de la viscosidad del monómero o solución de monómeros utilizados.

Dispersión de luz dinámica (DLS)

El dynamic light scattering (fotómetro de dispersión de luz láser marca Brookhaven) posee bastantes aplicaciones, dependiendo de las mismas su uso deberá ser de una u otra forma. Para la medición de tamaño de partícula media de una sustancia mono dispersa, es recomendable hacer mediciones en ángulo fijo de 90°. Asumiendo que la muestra debería cumplir dichos requisitos (que han sido comprobados por SEM) se procede con el estudio.

Para un uso correcto del DLS fue necesario un tiempo de filtrado de polvo de la habitación durante 75 minutos y una cantidad de SiO₂ (el SiO₂ se filtró anteriormente para evitar aglomeración de partículas en la muestra) disuelto en agua ultrapura que diera como resultado una B (kilocuentas) entre 250-300.

Se realizaron 3 experimentos hasta conseguir la B deseada

Conseguida la B se tomaron 6 medidas, las 3 primeras fueron desechadas tal y como indica el procedimiento del aparato y las 3 siguientes dieron un tamaño de partícula que osciló entre [805-825] nm

Realizado el primer estudio se disolvió la muestra con más agua ultrapura ya que la B aceptaba algo más de disolvente. Comprobada la nueva B y viendo que estaba dentro de los cánones establecidos por el fabricante se volvieron a tomar 6 muestras, desechando las 3 primeras y anotando las 3 siguientes;

[807-818] nm

Los resultados fueron acordes a los esperados ya que las cantidades de etanol y TEOS durante el proceso de fabricación indicaban que los tamaños de partícula debían ser superiores a 680nm y se preveía que superen dicho valor lindar debido al uso del dosificador gradual.

El tamaño de partícula medio se estipula en: 815nm

Área superficial

Área superficial teórica

Para el cálculo teórico del área superficial se toman las siguientes hipótesis;

- Las membranas son completamente uniformes
- Los radios de las partículas son todos iguales y conocidos
- La densidad del polímero es uniforme y conocida
- Las partículas son esferas perfectas

A partir de dichas hipótesis se puede conocer el área superficial de la membrana, en función del radio de partícula y la densidad del polímero de la siguiente forma:

Se utiliza como unidad un cubo de lado "a" con una esfera inscrita (la partícula). Nótese que el cubo tendrá, además de la esfera inscrita, 8 octavos de esfera procedentes del resto de cubos, la siguiente imagen lustra el cubo y 2 octavos de esfera.

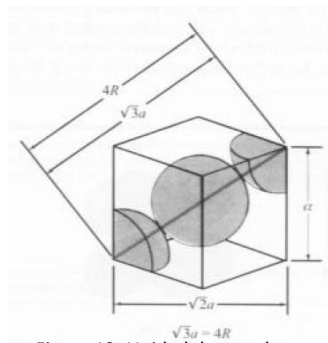


Figura 13: Unidad de membrana

A partir de la unidad se puede conocer el área superficial según;

$$S_{esfera} = 4\pi R^2$$

$$V_{esfera} = \frac{4}{3}\pi R^3$$

$$V_{cubo} = a^3$$

$$\text{Relación entre "a" y R: } a = \frac{4R}{\sqrt{3}}$$

$$S_{film_teórico} = \frac{m^2_{superficie_porosa_film}}{g_{film}}$$

$$S_{film_teórico} = \frac{m^2_{superficie_porosa_film}}{g_{film}} = \frac{2S_{esfera}}{d(V_{cubo} - 2V_{esfera})} = \frac{8\pi R^2}{d\left(\frac{64R^3}{3^{3/2}} - \frac{8\pi R^3}{3}\right)} = \frac{\pi}{\frac{Rd}{3}\left(\frac{8}{\sqrt{3}} - \pi\right)} \approx \frac{6.38}{Rd}$$

Los diámetros de partículas utilizados fueron los siguientes:

1. 300nm para las membranas *tipo 1*
2. 500nm para las membranas *tipo 2*

El polímero utilizado se fabricó a partir de diethyleneglycol dimethacrylate DEGDMA y urethane dimethacrylate (UDMA) con una relación 80/20, siendo conocidas las densidades individuales de cada polímero. Se asume que la densidad vendrá dada por;

$$d = 80\% d_{DEGDMA} + 20\% d_{UDMA}$$

$$d_{DEGDMA} = 1.070 \text{ kg/m}^3$$

$$d_{UDMA} = 1.100 \text{ kg/m}^3$$

$$d = 80\% (1.070) + 20\% (1.100) = 1.076 \text{ kg/m}^3$$

Conocidos R y d se disponen las áreas superficiales de las dos membranas;

$$\text{Membrana tipo 1: } S_{\text{film_teórico}} = \frac{6.38}{(150 \cdot 10^{-9}) \cdot 1.076 \cdot 10^3} = 39,529 \text{ m}^2/\text{g}$$

$$\text{Membrana tipo 2: } S_{\text{film_teórico}} = \frac{6.38}{(250 \cdot 10^{-9}) \cdot 1.076 \cdot 10^3} = 23,717 \text{ m}^2/\text{g}$$

Área superficial empírica:

Para el cálculo empírico se usa un analizador de área superficial (COULTER SA 3100), el *modus operandi* se concreta a continuación:

- 1- Se pesa el tubo de ensayo junto a su varilla de vidrio
- 2- Se pesa el tubo de ensayo con la muestra introducida y la varilla de vidrio
- 3- Se calcula el peso de la muestra
- 4- Se procede al outgas mediante el analizador
- 5- Se vuelve a pesar la muestra poniendo especial atención en cubrir el tubo con un tapón durante el transporte del mismo desde el analizador a la báscula
- 6- Se calcula el peso real de la muestra
- 7- Se procede a la adsorción
- 8- Se introduce el peso real en el analizador y se obtienen los resultados

El analizador mide el área superficial a través de nitrógeno gaseoso que se depositará en la superficie, es por eso que realiza un outgas previo ya que se necesita una superficie limpia de gases.

El analizador dispone de una muestra de unos 0.15g aproximadamente cuyos resultados de área superficial ya se conocen (154+/-6 m²/g). Esta muestra (llamada standard) se utiliza para comprobar que el analizador funciona adecuadamente y poder dar así veracidad a los resultados.

Es por ello que se procede a realizar 3 experimentos con la muestra standard, cuyos resultados se expresan a continuación;

| EXPERIMENTO 1 | |
|---------------|--|
| 1 | 27,3063g |
| 2 | 27,4798g |
| 3 | 0,1735g |
| 4 | Se realiza el outgas |
| 5 | 27,4586g |
| 6 | 0,1523g |
| 7 | Se realiza la adsorción |
| 8 | Surface Area Report BET Surface area 154,41 sq.m/g Correlation Coefficient 0,99990 |

| EXPERIMENTO 1 | |
|---------------|--|
| 1 | 27,3063g |
| 2 | 27,4798g |
| 3 | 0,1735g |
| 4 | Se realiza el outgas |
| 5 | 27,4607g |
| 6 | 0,1544g |
| 7 | Se realiza la adsorción |
| 8 | Surface Area Report BET Surface area 155,47 sq.m/g Correlation Coefficient 0,99992 |

| EXPERIMENTO 1 | |
|---------------|--|
| 1 | 27,3063g |
| 2 | 27,4798g |
| 3 | 0,1735g |
| 4 | Se realiza el outgas |
| 5 | 27,4594g |
| 6 | 0,1531g |
| 7 | Se realiza la adsorción |
| 8 | Surface Area Report BET Surface area 157,09 sq.m/g Correlation Coefficient 0,99990 |

Los 3 experimentos revelan áreas superficiales dentro de los cánones estipulados, con lo cual, se podrá analizar las membranas sin riesgo a error de cálculo.

Para el cálculo del área superficial se procederá de la misma manera que con la prueba standard, se realizarán 3 experimentos y se analizarán los resultados;

| EXPERIMENTO 1 | |
|---------------|--|
| 1 | 27,3063g |
| 2 | 27,4798g |
| 3 | 0,1735g |
| 4 | Se realiza el outgas |
| 5 | 27,4586g |
| 6 | 0,1523g |
| 7 | Se realiza la adsorción |
| 8 | Surface Area Report BET Surface area 154,41 sq.m/g Correlation Coefficient 0,99990 |

La idea primaria era realizar 3 experimentos sobre las mismas condiciones de tiempo y temperatura de outgas a una muestra de films y conocer el área superficial de la muestra y de su curva de adsorción/deserción. Estas condiciones de tiempo y temperatura fueron:

- 1320min
- 40°C

Esta baja temperatura se elige para asegurar la integridad de los films y el tiempo elevado es consecuencia de elegir una temperatura baja. Un outgas correcto debe ser coherente entre tiempo/temperatura,

siendo inversamente proporcional sus cantidades.

Por razones que se desconocen el área superficial una vez finalizado el experimento dio **0 m²/g**.

A continuación, se realiza otro experimento sobre las mismas condiciones para comprobar si el resultado vuelve a repetirse. Así, se contempla la posibilidad de que la temperatura no sea suficiente, y una vez confirmado que los films soportan temperaturas de hasta 150°C se decide realizar otro experimento bajo otras condiciones de tiempo y temperatura de outgas:

- 90min
- 100°C

Desafortunadamente, los resultados vuelven a ser inesperados, dando un área superficial de **0 m²/g**.



Figura 14: Analizador de área superficial + films

No se llega a una conclusión compartida sobre el porqué de dichos resultados: la no existencia de poros efectivos, la obstrucción de los poros por el nitrógeno o la contracción de los mismos por el frío (al introducir nitrógeno líquido) son las más aceptadas.

Si el resultado fuese correcto y el área superficial diera 0 m²/g lógicamente, no se podría hablar de membrana ya que su permeabilidad debería dar 0 también.

Dicha comprobación se podrá realizar en el siguiente capítulo donde se medirá la permeabilidad de los films.

Permeabilidad

El siguiente aspecto a caracterizar fue la permeabilidad de la membrana. A partir de una celda de ultrafiltración por aire se podrán conocer el caudal y la superficie atravesada, mediante lo cual se podrá conocer la permeabilidad a través de *La ley de Darcy*.

Proceso práctico:

La celda de ultrafiltración se basa en un cilindro con un volumen de agua pura conocido, tapado por ambos lados. Por la parte superior, se ejerce una presión mediante aire comprimido (por el tubo naranja) y por el inferior, se filtra el agua a través de la membrana. La membrana debe tener el tamaño adecuado para ocupar todo el cilindro, este tamaño es 64mm de diámetro.



Figura 15: Celda de ultrafiltración por aire

Los films creados no se acercaron al tamaño necesario para la prueba de permeabilidad, razón por la cual fue necesario crear unos discos de plástico de 64mm de diámetro con un agujero rectangular en el centro. En dichos agujeros se adhirieron las membranas.

Se barajaron varias posibilidades para obtener los discos con la membrana adherida. La primera de ellas fue usar adhesivo para pegar la membrana en el agujero. Los ácidos de los

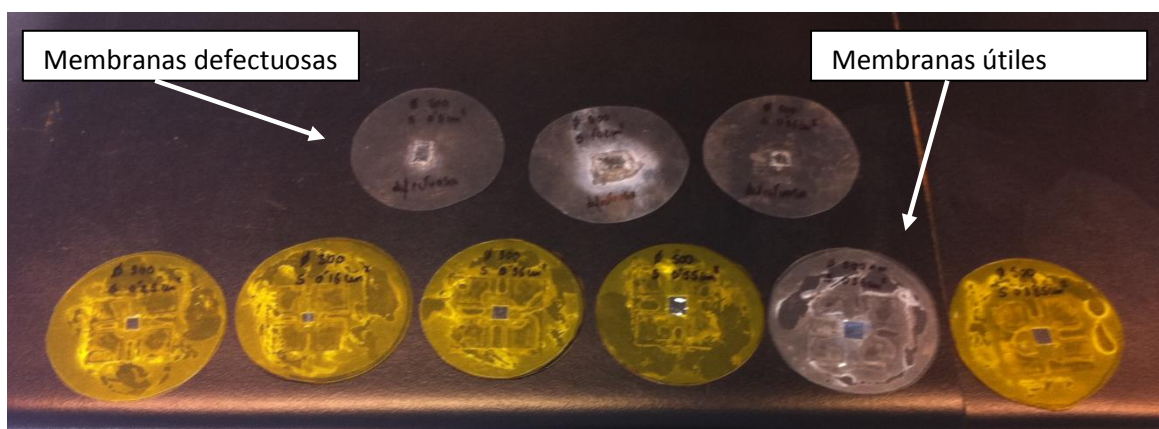


Figura 16: Discos con membranas para medición de permeabilidad.

adhesivos carcomieron parte de las membranas dejando inhabilitados los discos ya que el agua podría

pasar a través de los agujeros creados dando unos resultados que no se ajustarían a la realidad. Dichos discos se usarán en primera fase para comprobar que la celda funciona bien y que las presiones de agua y aire son soportadas por las membranas.

Como alternativa se optó por la creación de dos discos agujereados idénticos. Se adhirió cinta *scootch* bilateral alrededor del agujero y se agregó la membrana. A posteriori, se fijaron los discos mediante el mismo adhesivo atendiendo a que en ningún momento estuviera en contacto con la membrana.

Obtención de K:

La Ley de Darcy describe, con base en experimentos de laboratorio, las características del movimiento del agua a través de un medio poroso.

La expresión matemática de la Ley de Darcy es la siguiente:

$$Q = k \frac{h_3 - h_4}{L} A = k \cdot i \cdot A$$

Donde:

Q = gasto, descarga o caudal en m³/s.

L = longitud en metros de la muestra

k = una constante, actualmente conocida como coeficiente de permeabilidad de Darcy, variable en función del material de la muestra, en m/s.

A = área de la sección transversal de la muestra, en m².

h_3 = altura, sobre el plano de referencia que alcanza el agua en un tubo colocado a la entrada de la capa filtrante.

h_4 = altura, sobre el plano de referencia que alcanza el agua en un tubo colocado a la salida de la capa filtrante.

$$i = \frac{h_3 - h_4}{L}, \text{ el gradiente hidráulico.}$$

Se emplea esta relación para conocer K como f {Q, i, A};

$$K = \frac{Q}{i \cdot A}$$

Aplicación en membranas:

Para el cálculo de la permeabilidad a través de membranas se utiliza, a partir de los experimentos de Darcy, una aplicación cuya medición en laboratorio es más sencilla. Dicha aplicación tiene como fórmula;

$$J = \frac{\Delta P}{\mu \cdot Rm}$$

Donde;

J es el flujo permeable, [volumen / (area * tiempo)] ,

ΔP es la presión

μ es la viscosidad del flujo, en este caso, agua, y

Rm es la resistencia de la membrana

Aislando Rm obtenemos;

$$Rm = \frac{\Delta P}{\mu \cdot J}$$

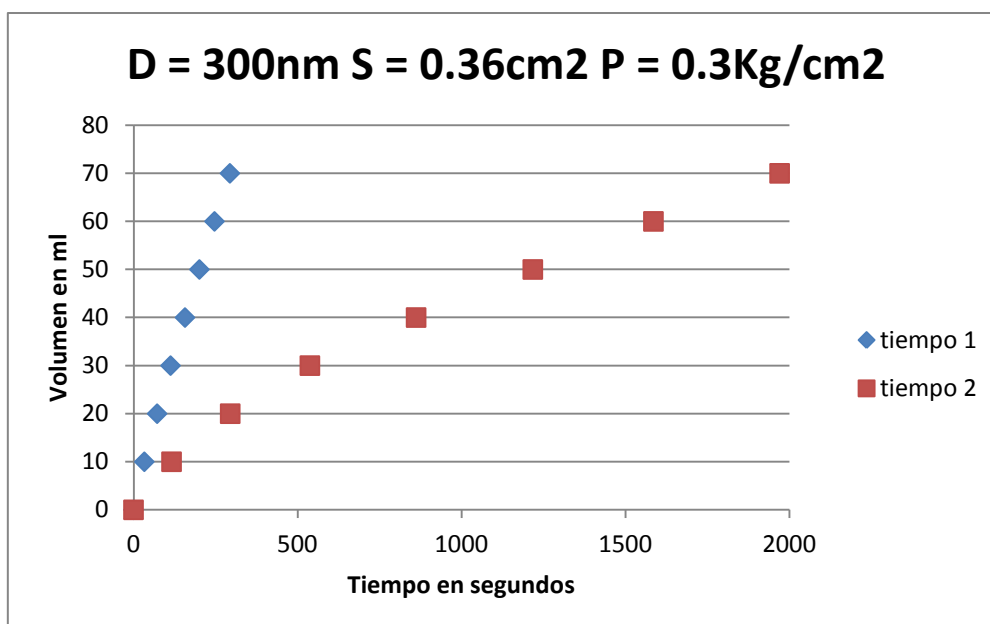
Experiencias prácticas

Los resultados obtenidos no han sido los esperados. Se hicieron muchas pruebas de permeabilidad para cada disco de membrana, dando a conocer dos aspectos destacables en el estudio de la permeabilidad.

Las membranas fabricadas a partir de partículas de 300nm de diámetro, sufren una disminución rápida de la permeabilidad al hacer circular por ellas un flujo de agua. Posiblemente esto sea debido a que las membranas se hinchan con el agua obstruyendo así los poros ya que, pese a no ser totalmente reversible, una vez la membrana se seca, su permeabilidad vuelve a aumentar.

Este hecho se puede observar en las siguientes gráficas;

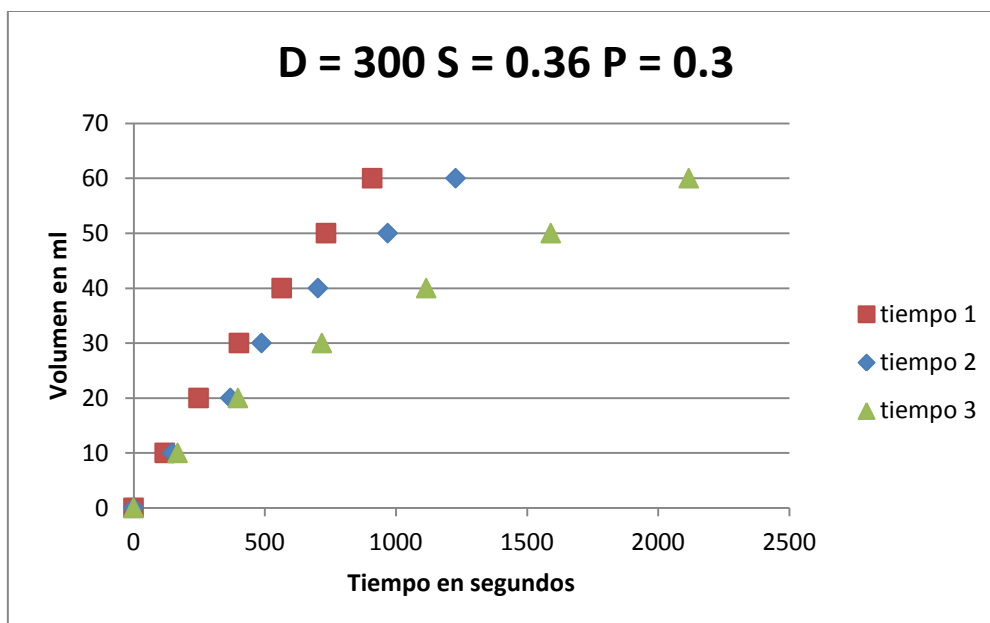
Membrana de 300nm de diámetro con superficie efectiva de 0,36 cm²



Gráfica 1: Permeabilidad de films de partículas con 300nm de diámetro

Se aprecia claramente que durante el primer experimento (*"tiempo 1"*) la permeabilidad de la membrana es alta pero que va disminuyendo en relación a un parámetro de hinchamiento. Una vez se prepara la celda de ultrafiltración para el segundo experimento (*"tiempo 2"*), la membrana ya está hinchada y su permeabilidad sigue disminuyendo gravemente.

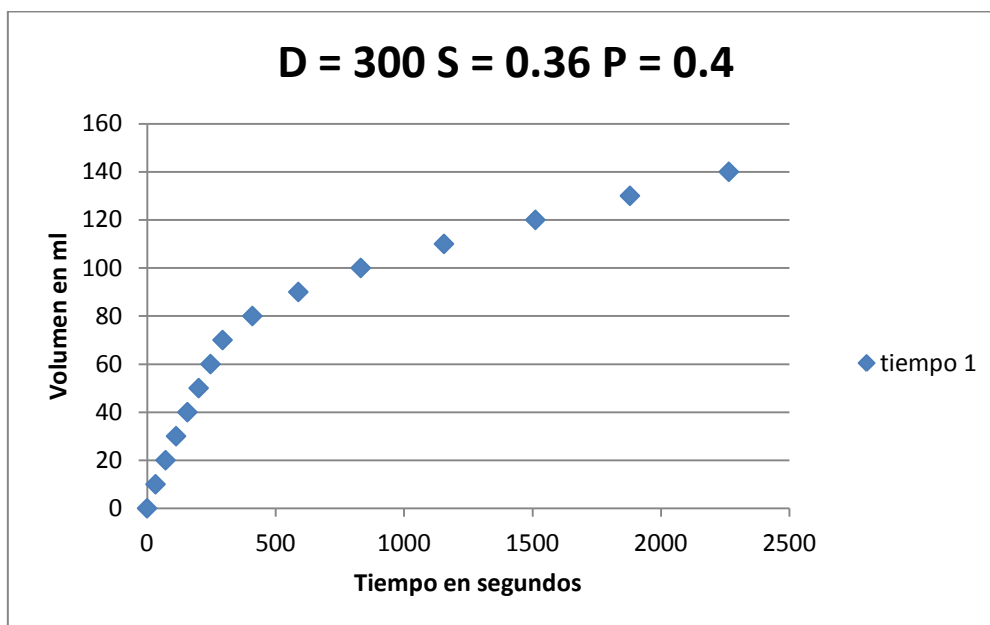
Para constatar este hecho se dejó secar la membrana durante 5 días y se volvió a medir su permeabilidad. La siguiente gráfica muestra los resultados obtenidos;



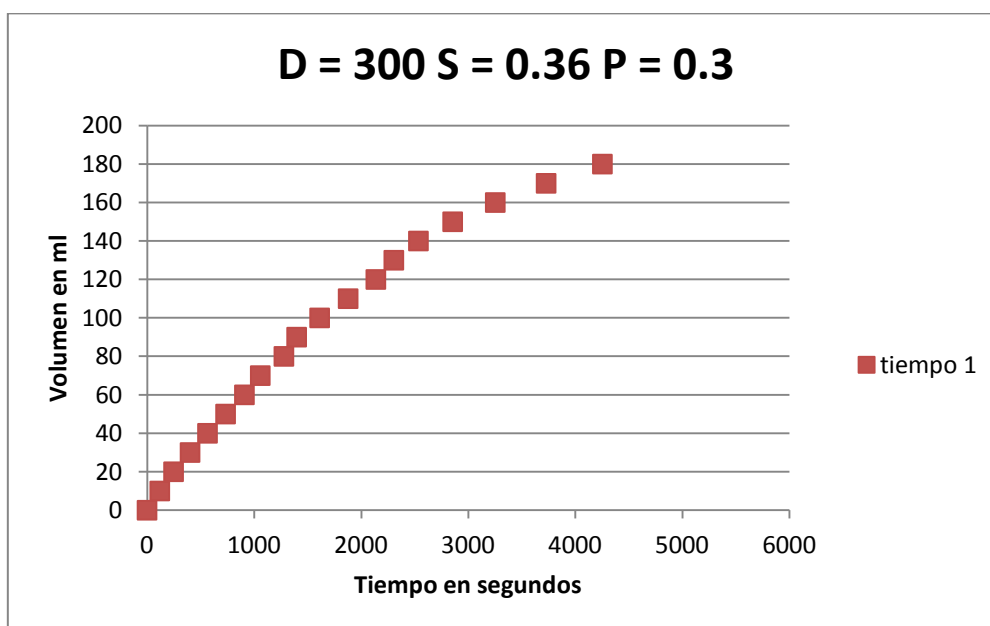
Gráfica 2: Permeabilidad de films de partículas con 300nm de diámetro

Estos resultados mostraron que el proceso de hinchamiento es mayoritariamente reversible, ya que una vez la membrana se seca (y a su vez se deshincha) recupera gran parte de su permeabilidad. La primera prueba (*"tiempo 1"*) muestra una permeabilidad más grande que las pruebas que le siguen, pero a su vez muestra menos permeabilidad que el experimento piloto (*"gráfica 1, tiempo 1"*).

Para una mayor comprensión de este proceso de hinchamiento se grafican todos los resultados en una misma gráfica, obteniendo dos gráficas;



Gráfica 3: Apreciación del proceso de hinchamiento



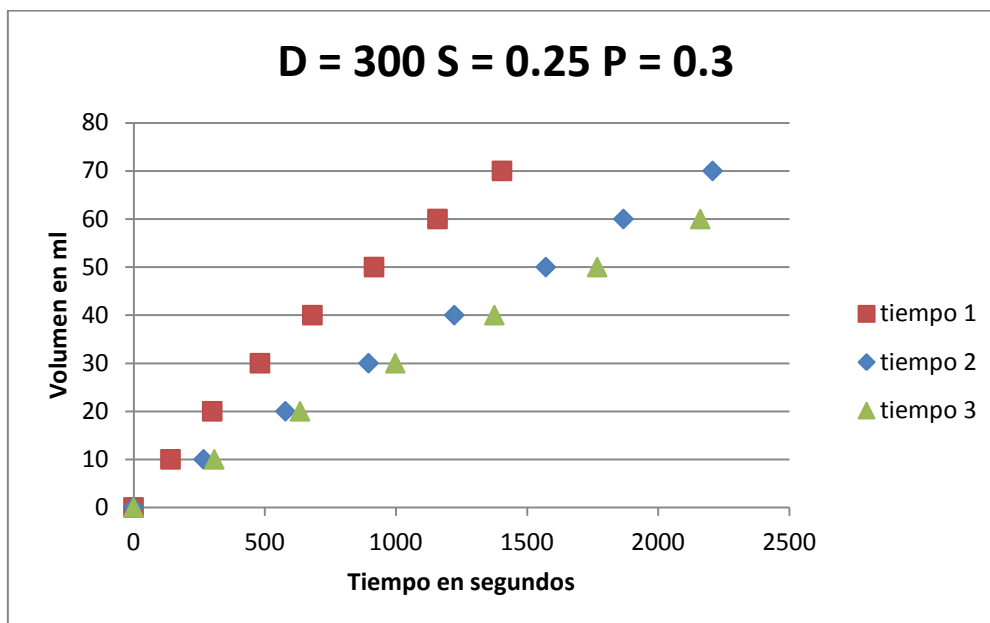
Gráfica 4: Apreciación del proceso de hinchamiento

Lógicamente si el proceso tiene una parte irreversible (se aprecia porque los dos “*tiempo 1*” no tienen misma permeabilidad) la segunda gráfica dará saltos cuantitativos menores porque no tiene que superar dicha parte irreversible.

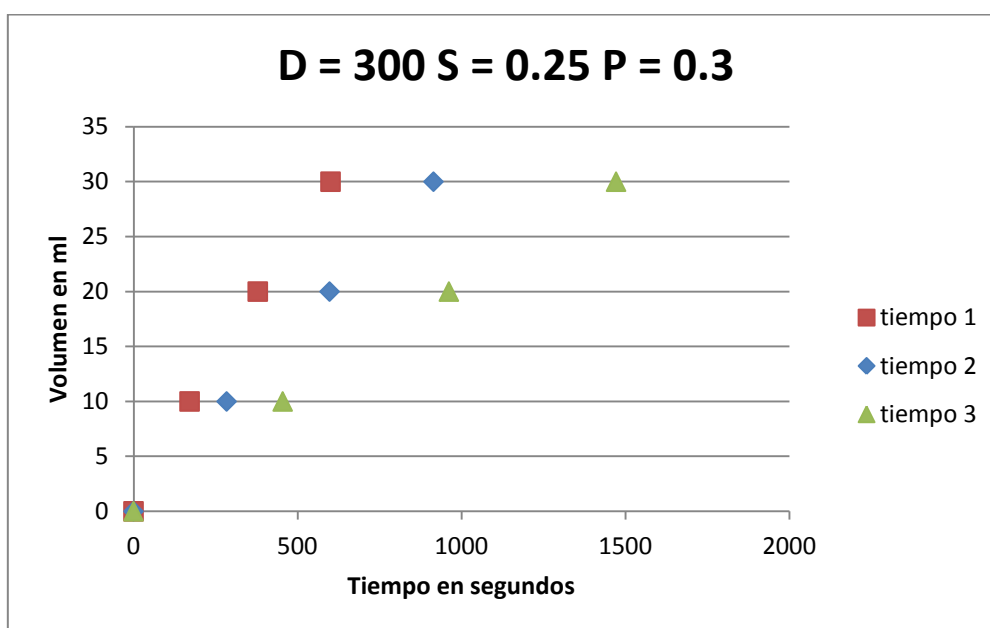
Este mismo efecto de hinchamiento se puede observar con las siguientes pruebas;

Membrana de 300nm de diámetro con superficie efectiva de 0,25 cm²

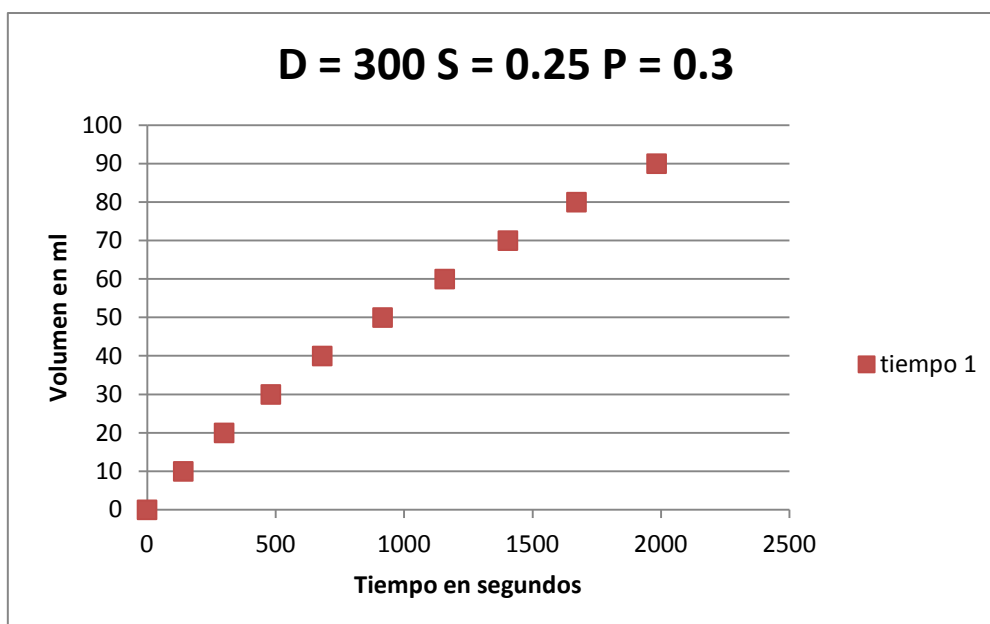
A continuación se observa el mismo efecto con otro disco de membrana de área superficial de $0,25 \text{ cm}^2$, las gráficas corresponden a dos pruebas separadas por un proceso de secado.



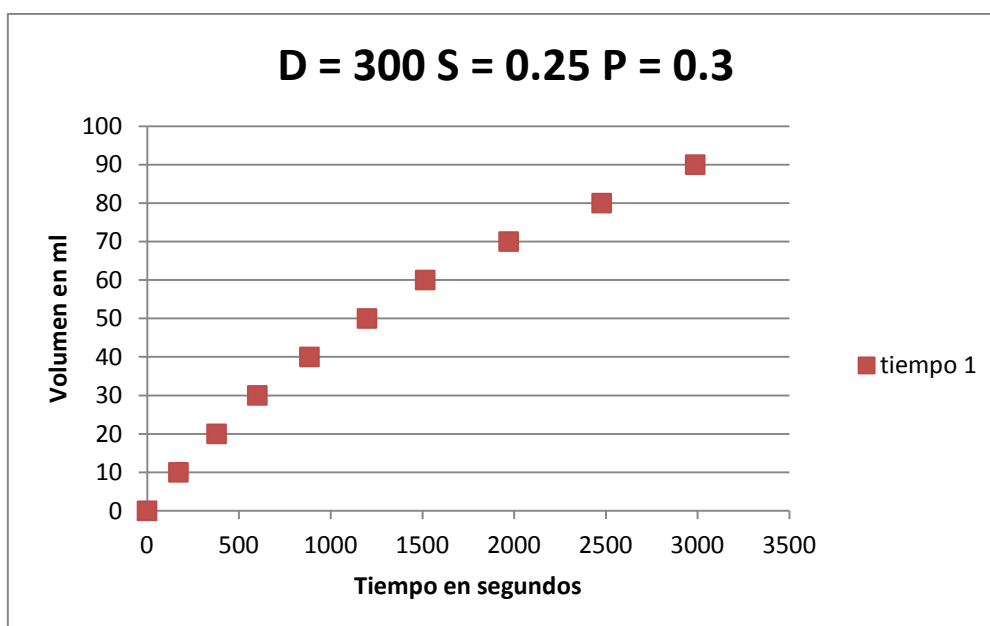
Gráfica 5: Permeabilidad de films de partículas con 300nm de diámetro



Gráfica 6: Permeabilidad de films de partículas con 300nm de diámetro



Gráfica 7: Apreciación del proceso de hinchamiento

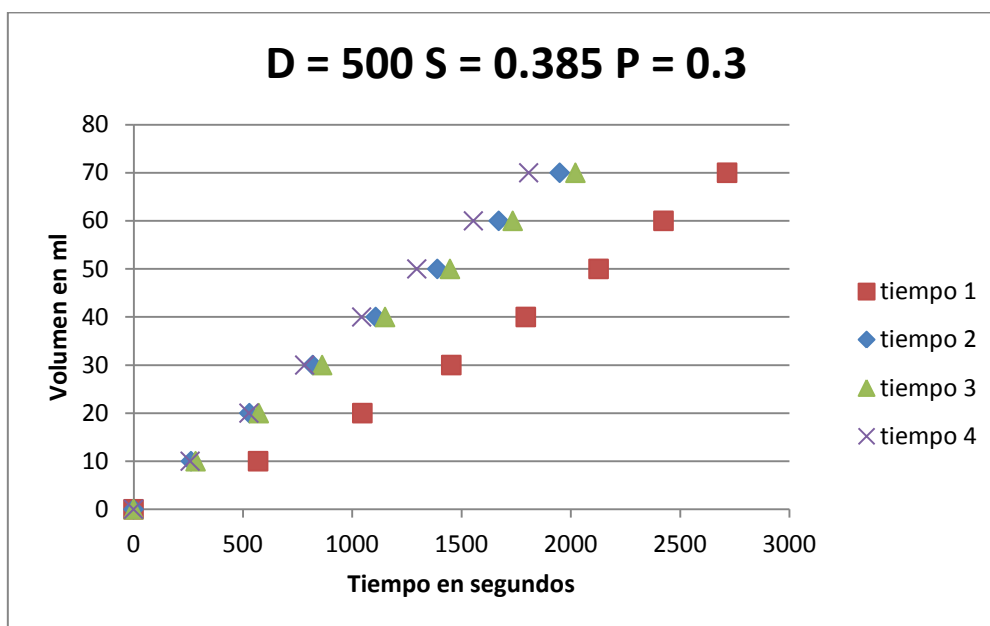


Gráfica 8: Apreciación del proceso de hinchamiento

Los resultados muestran una clara tendencia a la disminución de la permeabilidad de las membranas creadas a partir de cristales coloidales de 300nm. Este hecho no se repite en las membranas creadas a partir de cristales coloidales de 500nm. Se supone que el aumento de dichos poros consigue que el hinchamiento no consiga obstaculizar en gran medida la circulación del agua a través de la membrana y es por eso que el agua consigue fluir a través de la misma consiguiendo unos resultados de permeabilidad más cercanos a los esperados.

Dichos resultados se muestran a continuación;

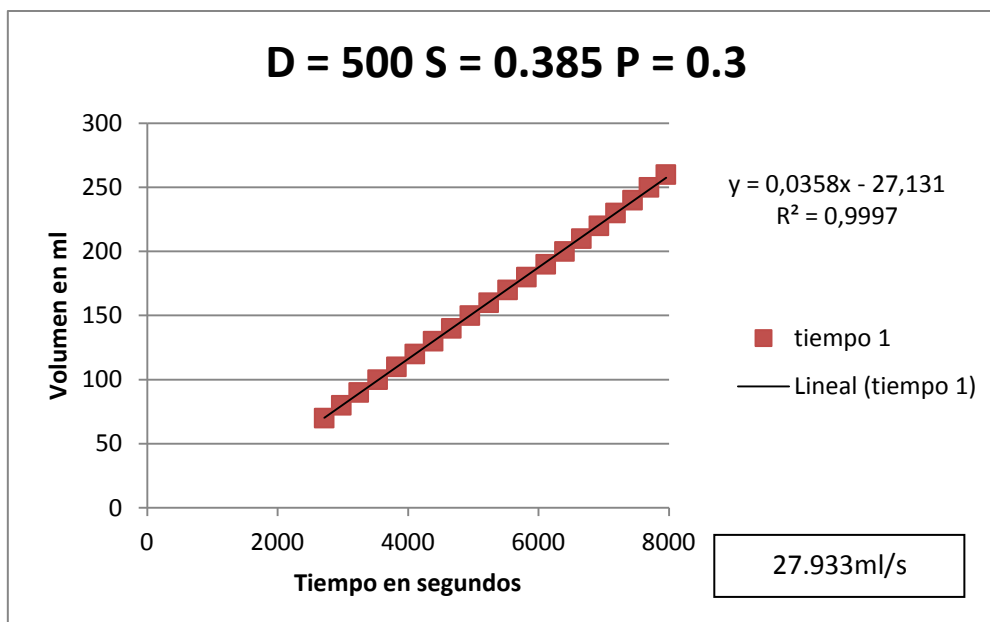
Membrana de 500nm de diámetro con superficie efectiva de 0,385 cm²



Gráfica 9: Permeabilidad de films de partículas de 500nm de diámetro

Observando esta gráfica se aprecia la consolidación de la permeabilidad al cabo de 40ml. Si se tiene en cuenta que la celda de ultrafiltración necesita estar totalmente mojada para conseguir flujos constantes de agua durante todas las pruebas, podemos asumir que los primeros puntos pertenecen a una etapa transitoria.

Si se grafica únicamente la etapa estacionaria en una misma gráfica se observa lo siguiente;



Gráfica 10: Permeabilidad de films de partículas de 500nm de diámetro

La experiencia se repitió durante dos tiempos más para constatar el valor de los resultados y estos dieron la misma relación de permeabilidad.

Con los datos obtenidos se calcula la resistencia de la membrana a partir de;

$$\begin{aligned}
 Rm &= \frac{\Delta P}{\mu \cdot J} = \frac{0.3 \text{ Kg}f/cm^2}{1,002 \cdot 10^{-3} \text{ Kg}/m \cdot s \cdot 27.933 \text{ ml}/s \cdot 0,385 \text{ cm}^2} \\
 &= \frac{0.3 \cdot \frac{1}{10.197} \cdot 10^6 \cdot Pa}{1,002 \cdot 10^{-3} \text{ Kg}/m \cdot s \cdot 27.933 \text{ ml}/s \cdot 0,385 \text{ cm}^2} \\
 &= \frac{0.3 \cdot \frac{1}{10.197} \cdot 10^6 \cdot \frac{Kg}{m \cdot s^2}}{1,002 \cdot 10^{-3} \text{ Kg}/m \cdot s \cdot 27.933 \text{ ml}/s \cdot 0,385 \text{ cm}^2} \\
 &= \frac{0.3 \cdot \frac{1}{10.197} \cdot 10^6}{1,002 \cdot 10^{-3} \cdot 27.933 \text{ cm}^3/0,385 \text{ cm}^2} = \frac{0.029}{72.698 \text{ cm}} \cdot 10^9 \\
 &= 4.04 \cdot 10^{-4} \cdot 10^{11} \text{ m}^{-1} = 4.04 \cdot 10^7 \text{ m}^{-1}
 \end{aligned}$$

El resto de experiencias sufrieron daños físicos durante el proceso de fabricación de los discos o durante el proceso de secado.

Contrastando resultados

El siguiente apartado intenta dar explicación a algunos de los resultados obtenidos anteriormente, para ello se hicieron pruebas empíricas que se detallan a continuación

Pruebas de área superficial

Se hicieron 3 pruebas más de área superficial, las dos primeras fueron con la misma muestra que se realizaron los estudios previos pero aumentando los tiempos de outgas para asegurarnos que el tiempo no es la causa del resultado de área superficial igual a 0 m²/g.

Las pruebas se realizaron bajo las siguientes condiciones;

Outgas a 100°C durante 5 horas y 30 minutos dando como resultado: 0.077 m²/g

Outgas a 130°C durante 23 horas dando como resultado: 0 m²/g.

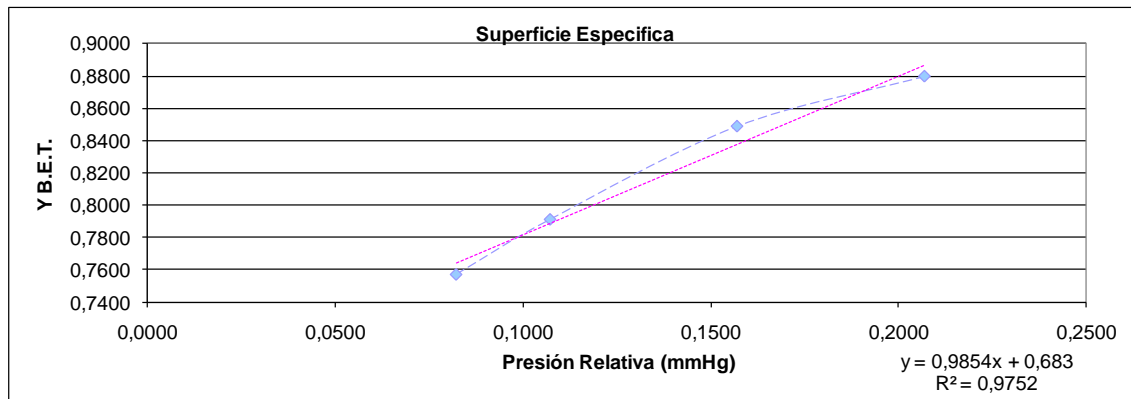
Al asegurar que el tiempo no era determinante se hizo otra prueba con los films de 500mm de diámetro a 90°C durante 12 horas cuyos resultados, pese a no ser los deseados, nos dejaron más información;

Área superficial: 2.61 m²/g

Para dicho análisis no se tomaron todos los puntos que recoge el aparato, sino que una vez volcados se eligieron únicamente los puntos que aseguraban una correlación aceptable. Pese a ello los puntos

deben contener gran parte del intervalo de presiones relativas entre las cuales es válida la ecuación de BET, dichas presiones son 0.05mmHg y 0.35mmHg

Con dichos puntos se puede obtener la siguiente gráfica;



La cantidad de área superficial sigue siendo muy inferior a la esperada pero gracias a este último análisis se determinaron dos aspectos nuevos;

Los films son porosos (el área superficial ya no es 0)

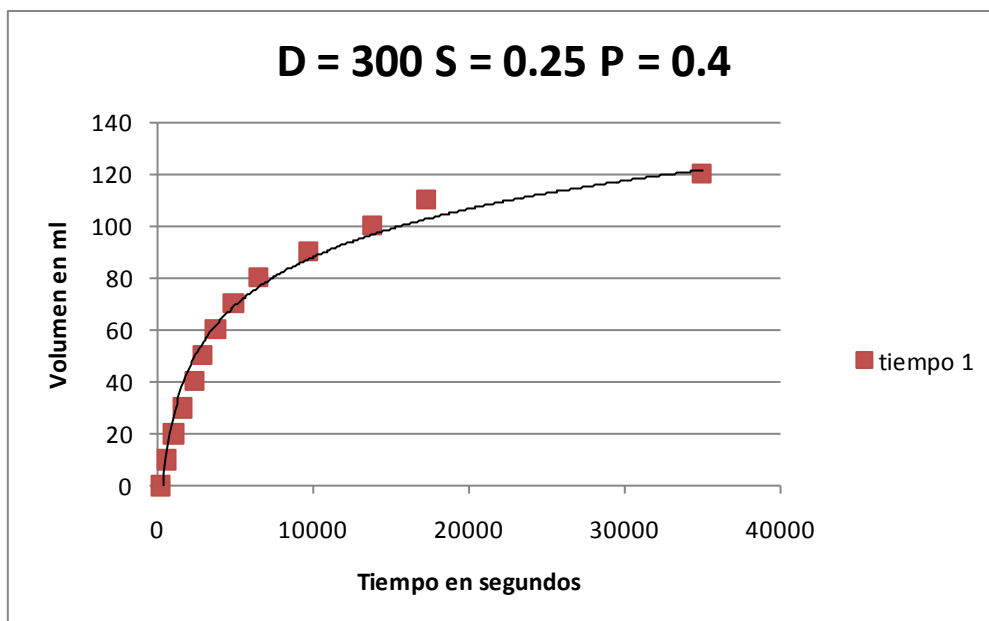
El análisis de área superficial no es concluyente debido a la similitud que hay entre la energía de adsorción y de licuefacción de la membrana. Al ser la constante C de BET;

$$C = 10^{E_{ad}/E_{li}}$$

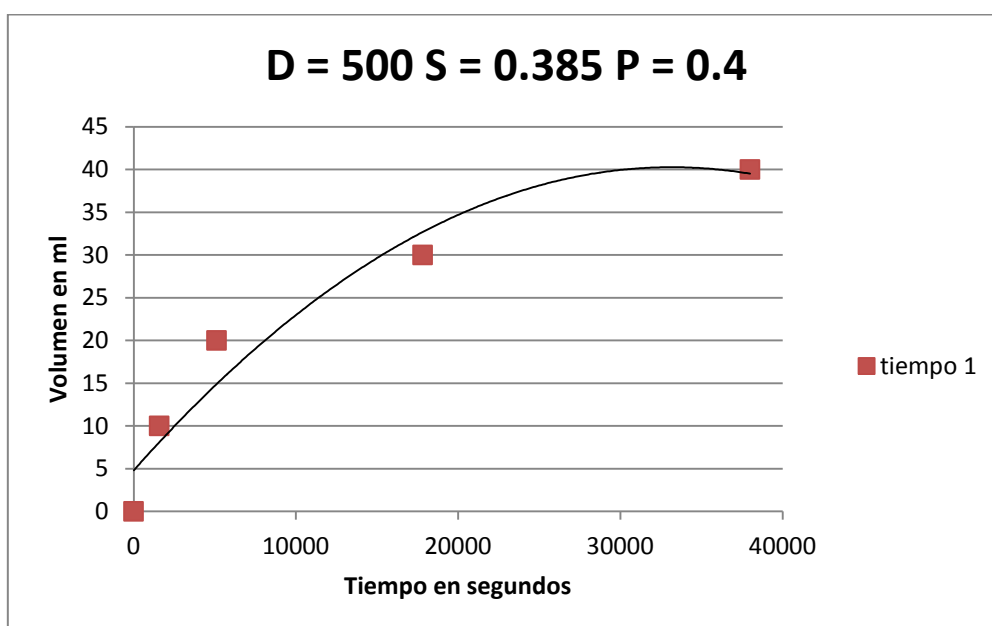
Energías similares implican C bajas, las cuales dan problemas en el cálculo del área superficial.

Pruebas de hinchamiento

Se llevaron a cabo varias pruebas de permeabilidad para conseguir averiguar cuánto se llegaba a hinchar una membrana dependiendo de su morfología. Para dichas pruebas se usaron los 3 discos que se habían usado anteriormente en las pruebas de permeabilidad. Dichos discos se sumergieron en agua durante 5 días y se realizaron las pruebas de permeabilidad pertinentes. Los resultados de dichas pruebas se grafican a continuación;



Gráfica 11: Permeabilidad de films de partículas de 300nm de diámetro



Gráfica 12: Permeabilidad de films de partículas de 500nm de diámetro

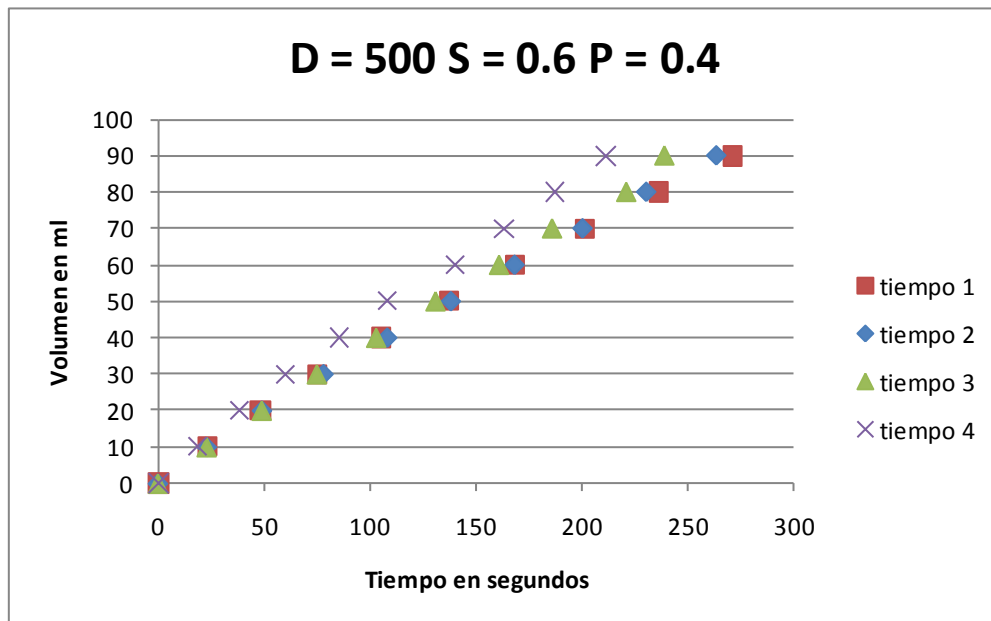
Ambas membranas sufren el mismo grado de hinchamiento. El hinchamiento es tan elevado que obstruye todos los poros y hace que las membranas pasen a ser totalmente impermeables.

Permeabilidad de nuevas membranas

Debido al problema de hinchamiento que sufrían las membranas se decide crear un nuevo grupo de films que no sufra dicho problema. Para conseguir films que sufran menos hinchamiento se propone aumentar el tiempo y la temperatura en el proceso de obtención de films, explicado anteriormente en el capítulo de fabricación de membranas. Gracias a dichos aumentos se consigue un film con un grado de entrecruzamiento mayor ya que favorece la bifuncionalidad de la reacción, es decir, las cadenas se vuelven mas largas y mas entrecruzadas.

Tanto las membranas con poros de 300 como las de 500nm dieron resultados de permeabilidad similares, se consiguió un flujo mas constante de agua a través de la membrana. Los resultados se grafican a continuación;

Membranas con mayor grado de entrecruzamiento y 500nm de diámetro



Gráfica 13: Permeabilidad de films de partículas de 500nm de diámetro

Los resultados muestran resultados similares para las cuatro pruebas de permeabilidad de la misma membrana, se usa la pendiente de la media aritmética de las 4 pruebas:

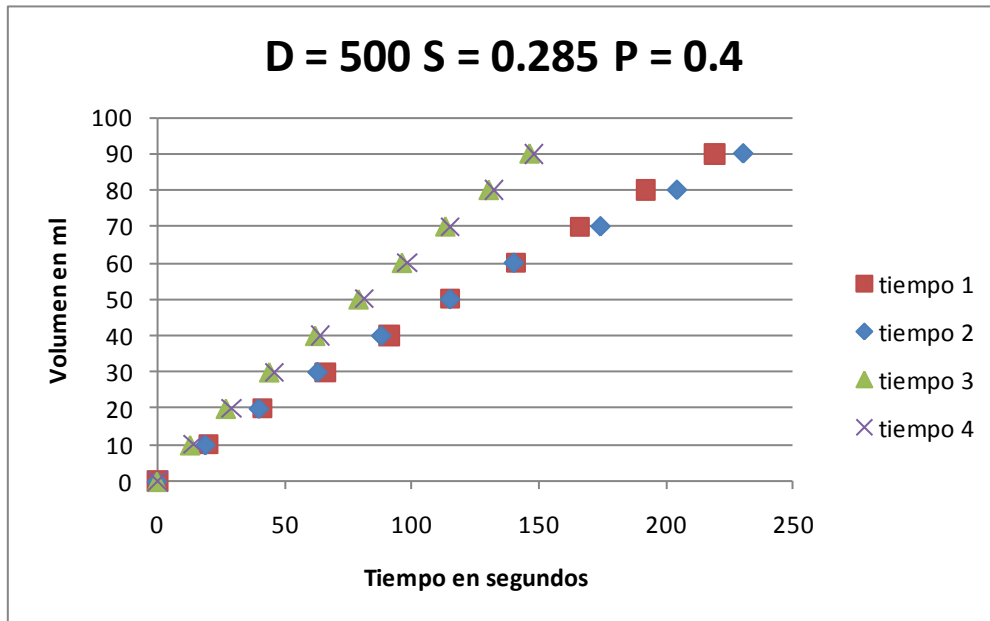
$$y = 0,3589x + 2,6597$$

$$2.796 \text{ ml/s}$$

Donde R_m es;

$$\begin{aligned}
 R_m &= \frac{\Delta P}{\mu \cdot J} = \frac{0.4 \text{ Kg}f/cm^2}{1,002 \cdot 10^{-3} \text{ Kg}/m \cdot s \cdot 2.796 \text{ ml}/s \cdot 0,6 \text{ cm}^2} \\
 &= \frac{0.4 \cdot \frac{1}{10.197} \cdot 10^6 \cdot Pa}{1,002 \cdot 10^{-3} \text{ Kg}/m \cdot s \cdot 2.796 \text{ ml}/s \cdot 0,6 \text{ cm}^2} \\
 &= \frac{0.4 \cdot \frac{1}{10.197} \cdot 10^6 \cdot \frac{Kg}{m \cdot s^2}}{1,002 \cdot 10^{-3} \text{ Kg}/m \cdot s \cdot 2.796 \text{ ml}/s \cdot 0,6 \text{ cm}^2} \\
 &= \frac{0.4 \cdot \frac{1}{10.197} \cdot 10^6}{1,002 \cdot 10^{-3} \cdot 2.796 \text{ cm}^3/0,6 \text{ cm}^2} = \frac{0.039}{9.83 \text{ cm}} \cdot 10^9 \\
 &= 1.89 \cdot 10^{-3} \cdot 10^{11} \text{ m}^{-1} = 1.89 \cdot 10^8 \text{ m}^{-1}
 \end{aligned}$$

Membranas con mayor grado de entrecruzamiento y 300nm de diámetro



Gráfica 15: Permeabilidad de films de partículas de 300nm de diámetro

Los resultados muestran resultados similares para las cuatro pruebas de permeabilidad de la misma membrana, se usa la pendiente de la media aritmética de las 4 pruebas:

$$y = 0,4761x + 2,619$$

$$2.1\text{ml/s}$$

Donde R_m es;

$$\begin{aligned}
 R_m &= \frac{\Delta P}{\mu \cdot J} = \frac{0.4 \text{ Kg}f / \text{cm}^2}{1,002 \cdot 10^{-3} \text{ Kg} / \text{m} \cdot \text{s} \cdot 2.1 \text{ ml} / \text{s} \cdot 0,285 \text{ cm}^2} \\
 &= \frac{0.4 \cdot \frac{1}{10.197} \cdot 10^6 \cdot \text{Pa}}{1,002 \cdot 10^{-3} \text{ Kg} / \text{m} \cdot \text{s} \cdot 2.1 \text{ ml} / \text{s} \cdot 0,285 \text{ cm}^2} \\
 &= \frac{0.4 \cdot \frac{1}{10.197} \cdot 10^6 \cdot \frac{\text{Kg}}{\text{m} \cdot \text{s}^2}}{1,002 \cdot 10^{-3} \text{ Kg} / \text{m} \cdot \text{s} \cdot 2.1 \text{ ml} / \text{s} \cdot 0,285 \text{ cm}^2} \\
 &= \frac{0.4 \cdot \frac{1}{10.197} \cdot 10^6}{1,002 \cdot 10^{-3} \cdot 2.1 \text{ cm}^3 / 0,285 \text{ cm}^2} = \frac{0.039}{9.83 \text{ cm}} \cdot 10^9 \\
 &= 5.31 \cdot 10^{-3} \cdot 10^{11} \text{ m}^{-1} = 5.31 \cdot 10^8 \text{ m}^{-1}
 \end{aligned}$$

El entrecruzamiento de las membranas consigue resolver el problema que generaba el fuerte hinchamiento que padecían las membranas iniciales. La permeabilidad de las nuevas sería más adecuada para futuras aplicaciones.

Una vez conocidas las características hidrofóbicas de los films es necesario estudiar la capacidad de retención de los mismos.

Retención de macromoléculas

Como el mismo nombre indica, esta caracterización indicará la cantidad de moléculas que el film es capaz de retener. Para dicha prueba se realizarán 6 experimentos idénticos, tres para cada tipo de membrana (las de partículas de 300nm y las de 500nm).

La prueba consiste en hacer circular a través de la celda de flujo unos 15ml de una disolución de agua ultrapura con moléculas de una masa molar conocida. Aproximadamente los 3ml primeros se desechan y se toman los 12ml siguientes. Una vez obtenidos los 6 tubos de ensayo que contienen las concentraciones finales y los 3 tubos de ensayo con las concentraciones iniciales, se realiza un estudio Total Organic Carbon Analyzer (VARIO TOC V1).

Las 3 disoluciones se realizaron de la siguiente forma; pesar los dextranos para conseguir 0.001g y enrasar a 100ml de agua ultrapura para lograr concentraciones iniciales de 10ppm aproximadamente. Una vez conseguidas se elevó el PH hasta 7 con la cantidad oportuna de hidróxido de sodio.

A continuación figuran las diferentes masas molares de los dextranos;

- 1) $M_n = 3.300\text{g/mol}$ (DEX1)
- 2) $M_n = 8.100\text{g/mol}$ (DEX2)
- 3) $M_n = 18.300\text{ g/mol}$ (DEX3)

Los tiempos de filtrado, las cantidades exactas y los resultados del TOC se tabulan a continuación

| tipo de membrana | tipo de dextrano | tiempo | cantidad |
|------------------|------------------|--------|----------|
| 300nm | DEX1 | 2-3s | 8ml |
| 300nm | DEX2 | 2-3s | 8ml |
| 300nm | DEX3 | 2-3s | 10ml |
| 500nm | DEX1 | 20min | 13ml |
| 500nm | DEX2 | 26min | 13ml |
| 500nm | DEX3 | 54min | 13ml |

| Nombre | CI (mg/l) | C (mg/l) | DIFF (mg/l) | mean (mg/ml) | deviation(%) |
|-----------|-----------|----------|-------------|--------------|--------------|
| DEX1 | 2,26 | 10,229 | 7,97 | 7,925 | 0,64% |
| DEX1 | 2,332 | 10,269 | 7,937 | | |
| DEX1 | 2,334 | 10,204 | 7,87 | | |
| DEX2 | 0,816 | 9,185 | 8,368 | 8,325 | 1,02% |
| DEX2 | 0,86 | 9,087 | 8,227 | | |
| DEX2 | 0,796 | 9,176 | 8,38 | | |
| DEX3 | 1,287 | 7,936 | 6,649 | 6,672 | 0,81% |
| DEX3 | 1,281 | 7,914 | 6,633 | | |
| DEX3 | 1,282 | 8,015 | 6,734 | | |
| DEX1(300) | 3,483 | 14,588 | 11,105 | 11,138 | 0,28% |
| DEX1(300) | 3,514 | 14,657 | 11,143 | | |
| DEX1(300) | 3,532 | 14,699 | 11,167 | | |
| DEX2(300) | 1,286 | 11,891 | 10,605 | 10,577 | 0,43% |
| DEX2(300) | 1,337 | 11,938 | 10,601 | | |
| DEX2(300) | 1,338 | 11,862 | 10,524 | | |
| DEX3(300) | 1,411 | 8,308 | 6,897 | 6,951 | 0,78% |
| DEX3(300) | 1,444 | 8,394 | 6,95 | | |
| DEX3(300) | 1,461 | 8,467 | 7,006 | | |
| DEX1(500) | 2,793 | 23,775 | 20,982 | 21,303 | 1,31% |
| DEX1(500) | 2,773 | 24,213 | 21,44 | | |
| DEX1(500) | 2,793 | 24,28 | 21,487 | | |
| DEX2(500) | 3,518 | 17,975 | 14,457 | 14,469 | 0,16% |
| DEX2(500) | 3,572 | 18,027 | 14,456 | | |
| DEX2(500) | 3,555 | 18,051 | 14,496 | | |
| DEX3(500) | 4,354 | 15,842 | 11,488 | 11,382 | 0,84% |
| DEX3(500) | 4,42 | 15,721 | 11,301 | | |
| DEX3(500) | 4,419 | 15,776 | 11,357 | | |

Los resultados no fueron los esperados. Se esperaba encontrar unas concentraciones finales inferiores a las iniciales.

Como es lógico, al hacer un estudio de retención de moléculas, se esperan unos resultados donde la variación entre $[DEX]_i - [DEX]_f$ de un valor positivo. Dicho valor indicaría la cantidad de materia orgánica que la membrana ha retenido y debería oscilar entre $[0, [DEX]_i]$ (los valores extremos estarían indicando que la membrana retiene toda la materia orgánica, para el caso del 0 que sería el deseado. O que la membrana no retiene nada, para el caso de misma concentración de dextranos a la salida y a la entrada)

Conocidas las retenciones se pasaría a graficar los puntos obtenidos mediante;

$$1 - \frac{[permeado]}{[inicial]}$$

Al desconocer el motivo de dichos resultados es necesario repetir la experiencia para descartar errores humanos. Antes de la repetición del TOC se numeran las variables del anterior para poder sacar las conclusiones más oportunas una vez se conozcan los resultados del siguiente análisis;

- 1) Las muestras han podido contaminarse durante el proceso de obtención
- 2) Las masas molares eran pequeñas
- 3) Las membranas usadas eran las creadas recientemente, sin apenas uso
- 4) Las cantidades de muestras, en algunos casos, eran muy justas
- 5) Puede existir un error humano en la etiquetación de las muestras o en su posterior nombre durante el TOC
- 6) Puede existir un error humano durante el estudio TOC
- 7) Puede existir un error de medición del aparato durante el estudio

El siguiente análisis se realizó teniendo en cuenta todas las anteriores variables e intentando minimizar los posibles errores.

Las concentraciones de los dextranos siguieron siendo de 10ppm y el proceso, como es lógico, el mismo. A continuación se describen las nuevas variables;

- 1) Para evitar la posible contaminación de las muestras, se tomaron directamente de la celda de flujo al tubo especial para el aparato que realiza el TOC y se taparon con papel de aluminio para evitar contaminación de los tapones o del mismo aire
- 2) Las masas molares utilizadas para el análisis fueron las siguientes:
Mn = 11.600g/mol (DEX1)
Mn = 48.600g/mol (DEX2)
Mn = 410.000 g/mol (DEX3)
Apreciablemente más grandes que las anteriores
- 3) Las membranas usadas fueron las antiguas, usadas en sendas ocasiones para cálculos de permeabilidad
- 4) Las cantidades de muestras fueron excedentes en todos los casos (unos 15-20ml)
- 5) El técnico de laboratorio revisó el etiquetado y el nombramiento de las muestras
- 6) El técnico de laboratorio revisó el estudio TOC
- 7) Se usó otro aparato, concretamente: TOC-V CPH/CPN



Figura 17: Máquina TOC (TOC-V CPH/CPN)

Los resultados obtenidos se pueden observar en la siguiente tabla;

| Id. Muestra | TOC (mg/L) | TC (mg/L) | IC (mg/L) |
|-------------|------------|-----------|-----------|
| CI D1 | 5,462 | 6,234 | 0,772 |
| CI D2 | 5,236 | 7,179 | 1,943 |
| CI D3 | 4,968 | 5,943 | 0,9746 |
| CF D1 300 | 6,341 | 7,186 | 0,8441 |
| CF D2 300 | 5,083 | 6,952 | 0,1869 |
| CF D3 300 | 5,714 | 6,819 | 1,105 |
| CF D1 500 | 5,775 | 6,949 | 1,174 |
| CF D2 500 | 6,672 | 8,615 | 1,943 |
| CF D3 500 | 8,811 | 9,942 | 1,131 |

Si calculamos las variaciones entre las concentraciones iniciales y finales de cada membrana obtenemos una retención de cada membrana de;

| DEXTRANO POR MEMBRANA | RETENCIÓN (mg/l) |
|-----------------------|------------------|
| D1 300 | -0,879 |
| D2 300 | 0,153 |
| D3 300 | -0,746 |
| D1 500 | -0,313 |
| D2 500 | -1,436 |
| D3 500 | -3,843 |

Pese a que los resultados vuelven a ser insatisfactorios (debido a que la mayoría de concentraciones finales sigue siendo más grande que las iniciales) se extraen conclusiones razonables de dichos estudios.

Las retenciones están dando, en su mayoría, concentraciones muy cercanas a 0, es decir, las membranas no son capaces de retener las moléculas. Este resultado no es favorable pero si productivo.

¿Porqué siguen dando variaciones negativas, y porqué las nuevas variaciones son sensiblemente más pequeñas que las del primer estudio?

Al comparar las variables de cada estudio se llega a la conclusión que las membranas pueden llegar a desprenderse con el paso del agua. Eso explicaría porque las concentraciones finales son superiores a las iniciales. También explicaría porque los resultados del primer estudio han dado variaciones mas grandes (en valor absoluto, ya que ambas son negativas) ya que las membranas usadas fueron nuevas y aun no se habían degradado en absoluto.

Lógicamente el desprendimiento de las membranas no sería contante, y con una sola muestra por DEOX y membrana no se puede comprobar. Es por ello que se decide hacer un nuevo estudio y comprobar la veracidad de dichas conclusiones.

Desprendimiento de membrana

Para comprobar si una membrana desprende parte de su estructura, es necesario tomar alícuotas de unos 15ml y realizar un TOC. Si el resultado del TOC da saltos significativos en alguna de las alícuotas tomadas, será porque ha habido un aumento de material orgánico en dicha alícuota y solo puede provenir de material desprendido de la membrana.

La metodología para este último estudio fue el siguiente;

Pesar el dextrano (14.800g/mol) para conseguir 0.001g y enrasar a 100ml de agua ultrapura para lograr concentraciones iniciales de 10ppm aproximadamente. Una vez conseguidas se elevó el PH hasta 7 con la cantidad oportuna de hidróxido de sodio.

Se tomó la muestra inicial de 15ml de concentración inicial y se introdujo el resto en la celda de flujo (con la membrana de 300nm previamente introducida). Se filtraron los 85ml restantes tomando alícuotas de unos 15ml aproximadamente. Dichas muestras se etiquetaron, se taparon con papel de aluminio y se llevaron al TOC.

Se repitió el experimento para la membrana de 500nm.

Los resultados fueron los siguientes;

| Id. Muestra | TOC (ppm) | TC (ppm) | IC (ppm) |
|-------------|-----------|----------|----------|
| 300 - 0 | 6,9910 | 7,9950 | 1,0050 |
| 300 - 1 | 7,4820 | 9,5680 | 2,0860 |
| 300 - 2 | 7,6010 | 8,5790 | 0,9779 |
| 300 - 3 | 7,2010 | 8,2310 | 1,0300 |
| 300 - 4 | 7,0570 | 8,0540 | 0,9974 |
| 300 - 5 | 7,0630 | 8,0810 | 1,0190 |
| 300 - 6 | 7,0560 | 8,0550 | 0,9990 |
| 500 - 0 | 5,7400 | 6,7570 | 1,0160 |
| 500 - 1 | 7,5210 | 8,3780 | 0,8567 |
| 500 - 2 | 6,6510 | 7,5770 | 0,9260 |
| 500 - 3 | 6,4080 | 7,3620 | 0,9546 |
| 500 - 4 | 6,4100 | 7,3470 | 0,9371 |
| 500 - 5 | 7,8500 | 9,7860 | 1,9370 |
| 500 - 6 | 7,8640 | 8,6870 | 0,8224 |

Si tabulamos las variaciones entre cada alícuota y su concentración inicial tenemos;

| 300nm | |
|------------------|-------------|
| variación (mg/l) | Degradación |
| -0,4910 | BAJA |
| -0,6100 | BAJA |
| -0,2100 | BAJA |
| -0,0660 | NULA |
| -0,0720 | NULA |
| -0,0650 | NULA |

| 500nm | |
|------------------|-------------|
| variación (mg/l) | Degradación |
| -1,7810 | MEDIA |
| -0,9110 | MEDIA |
| -0,6680 | BAJA |
| -0,6700 | BAJA |
| -2,1100 | ALTA |
| -2,1240 | ALTA |

Queda comprobada la contaminación de la solución por un orgánico que no puede ser identificado totalmente. Salvo que se produzca una contaminación mediante el ambiente, la solución aumenta su carbono orgánico debido a que la membrana desprende parte de su estructura debido a la presión y al flujo que ejerce el agua a través de sus micro poros.

Conclusiones

El proceso de fabricación es capaz de crear el tipo de membrana deseada. Entendiendo por deseada un tamaño de partícula concreto y un grado de entrecruzamiento conocido. Esta capacidad es muy favorable a la hora de realizar familias de membranas de unas características determinadas.

La caracterización de las membranas está basado en 3 estudios; cálculo del área superficial, permeabilidad de la membrana y retención de sólidos.

El cálculo de área superficial tiene 2 fases. La primera es aproximar la forma y distribución de la membrana a formas conocidas y extraer el área superficial aproximado. Conocido el valor teórico se calcula el área superficial real mediante un aparato de área superficial.

Debido al material que constituyen las membranas es necesario introducir Argón en vez de Nitrógeno para conseguir un cálculo del área superficial mas preciso.

La permeabilidad se calcula a través de la ley de Darcy extrapolada a la necesidad de las membranas. Las membranas sufren un fenómeno de hinchamiento de los poros efectivos debido al flujo de líquido. Este hinchamiento llega a obstruir totalmente las membranas volviéndolas impermeables.


El hinchamiento de las membranas es función del grado de entrecruzamiento que se consigue durante su fabricación. Debido a eso, es necesario fabricar membranas con un grado de entrecruzamiento elevado para disminuir en la medida de lo posible dicho hinchamiento.

La retención de macromoléculas se basa en la variación de material orgánico antes y después de pasar a través de la membrana. Los resultados obtenidos verificaron la incapacidad de las membranas para retener moléculas. También abrieron la posibilidad de desprender material orgánico debido al flujo del agua.

Las posibles aplicaciones de las membranas no son concluyentes, es necesario fabricar familias de membranas de polímeros diferentes con grados de entrecruzamiento entre medio y alto y realizar todas las pruebas de caracterización hasta conseguir una membrana capaz de; tener una permeabilidad constante, no desprender material orgánico con el flujo de agua y capacidad de retención de moléculas no nula.

Anexo

Resultados primer estudio de área superficial

| | | | |
|---|----------|--------------------|----------|
|  | | SA3100 | |
| COULTER | | | |
| Serial No. | AK46020 | Software Version | 2.13 |
| Sample ID | FILMS1 | Start Date | 05/24/11 |
| Customer | ITBA | Start Time | 16:30:54 |
| Operator | GUSTAVO | Elapsed Time | 32 min |
| Sample Wt | 0.1506 g | Outgas Time | 0 min |
| Profile | BET | Outgas Temperature | 40 C |

Summary

Surface Area Report

| | |
|-------------------------|--------------|
| BET Surface area | 0.000 sq.m/g |
| Correlation Coefficient | -0.94378 |

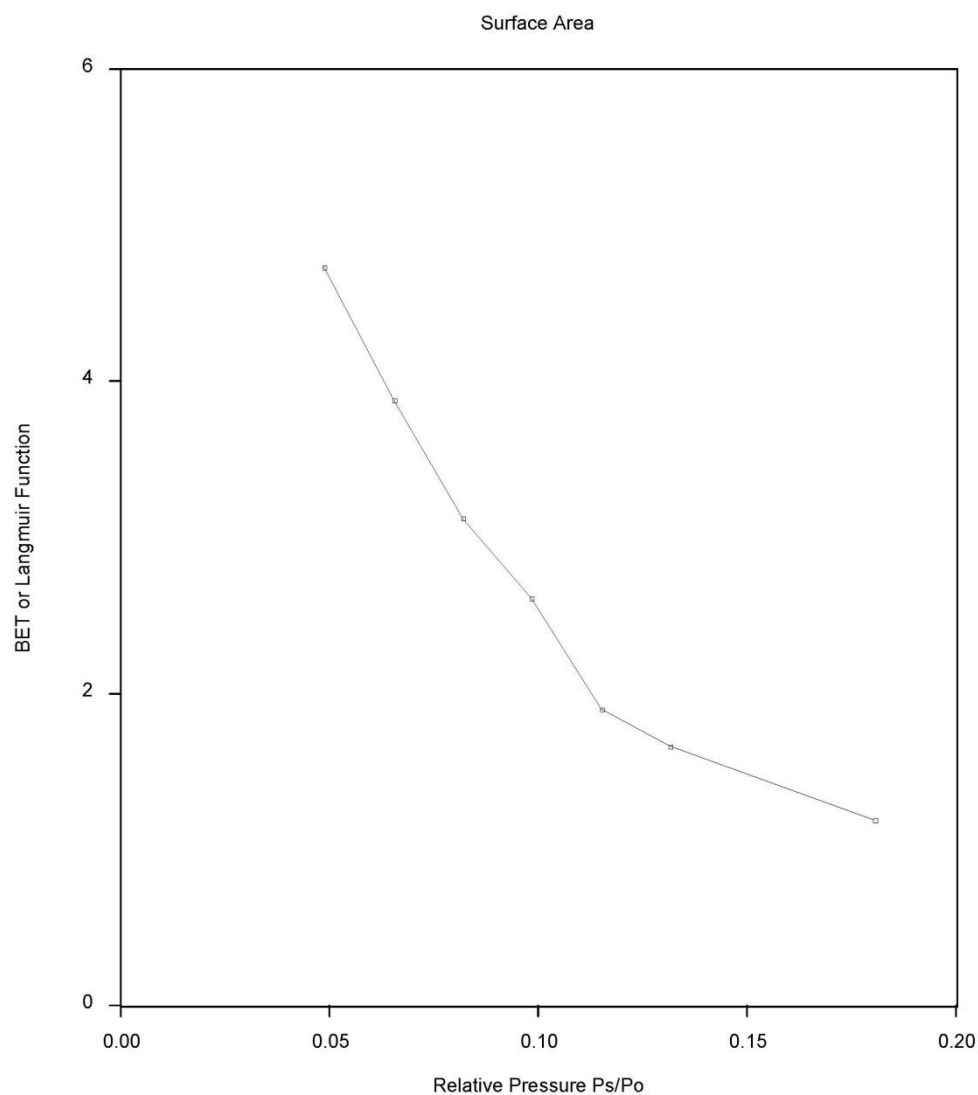
Adsorption BJH Pore Size Distribution

| Pore Dia. Range (nm) | Pore Volume (ml/g) | % |
|-------------------------|-----------------------|--------|
| Under 6 | 0.00451 | 34.20 |
| 6 - 8 | 0.00200 | 15.16 |
| 8 - 10 | 0.00129 | 9.75 |
| 10 - 12 | 0.00103 | 7.82 |
| 12 - 16 | 0.00110 | 8.32 |
| 16 - 20 | 0.00083 | 6.28 |
| 20 - 80 | 0.00205 | 15.57 |
| Over 80 | 0.00038 | 2.90 |
| BJH Total | 0.01320 | 100.00 |

**COULTER****SA3100**

| | | | |
|------------|---------|------------------|------|
| Serial No. | AK46020 | Software Version | 2.13 |
|------------|---------|------------------|------|

| | | | |
|-----------|----------|--------------------|----------|
| Sample ID | FILMS1 | Start Date | 05/24/11 |
| Customer | ITBA | Start Time | 16:30:54 |
| Operator | GUSTAVO | Elapsed Time | 32 min |
| Sample Wt | 0.1506 g | Outgas Time | 0 min |
| Profile | BET | Outgas Temperature | 40 C |



**COULTER****SA3100**

| | | | |
|------------|---------|------------------|------|
| Serial No. | AK46020 | Software Version | 2.13 |
|------------|---------|------------------|------|

| | | | |
|-----------|----------|--------------------|----------|
| Sample ID | FILMS1 | Start Date | 05/24/11 |
| Customer | ITBA | Start Time | 16:30:54 |
| Operator | GUSTAVO | Elapsed Time | 32 min |
| Sample Wt | 0.1506 g | Outgas Time | 0 min |
| Profile | BET | Outgas Temperature | 40 C |

Surface Area Report

BET Surface area 0.000 sq.m/g

Slope -27.067201
 Intercept 5.520392
 C_value 0.000
 Monolayer Volume 0.0000 cc/g (STP)
 Correlation Coefficient -0.94378

One Point BET Surface Area (Ps/Po=0.3) 0.000 sq.m/g

Analysis Data

| Ps/Po | BET Function | Vads | cc/g (STP) |
|--------|--------------|------|------------|
| 0.0488 | 4.736360 | | 0.011 |
| 0.0654 | 3.879279 | | 0.018 |
| 0.0820 | 3.121876 | | 0.029 |
| 0.0985 | 2.608753 | | 0.042 |
| 0.1150 | 1.896928 | | 0.069 |
| 0.1315 | 1.665685 | | 0.091 |
| 0.1807 | 1.191068 | | 0.185 |

Interpolated Data

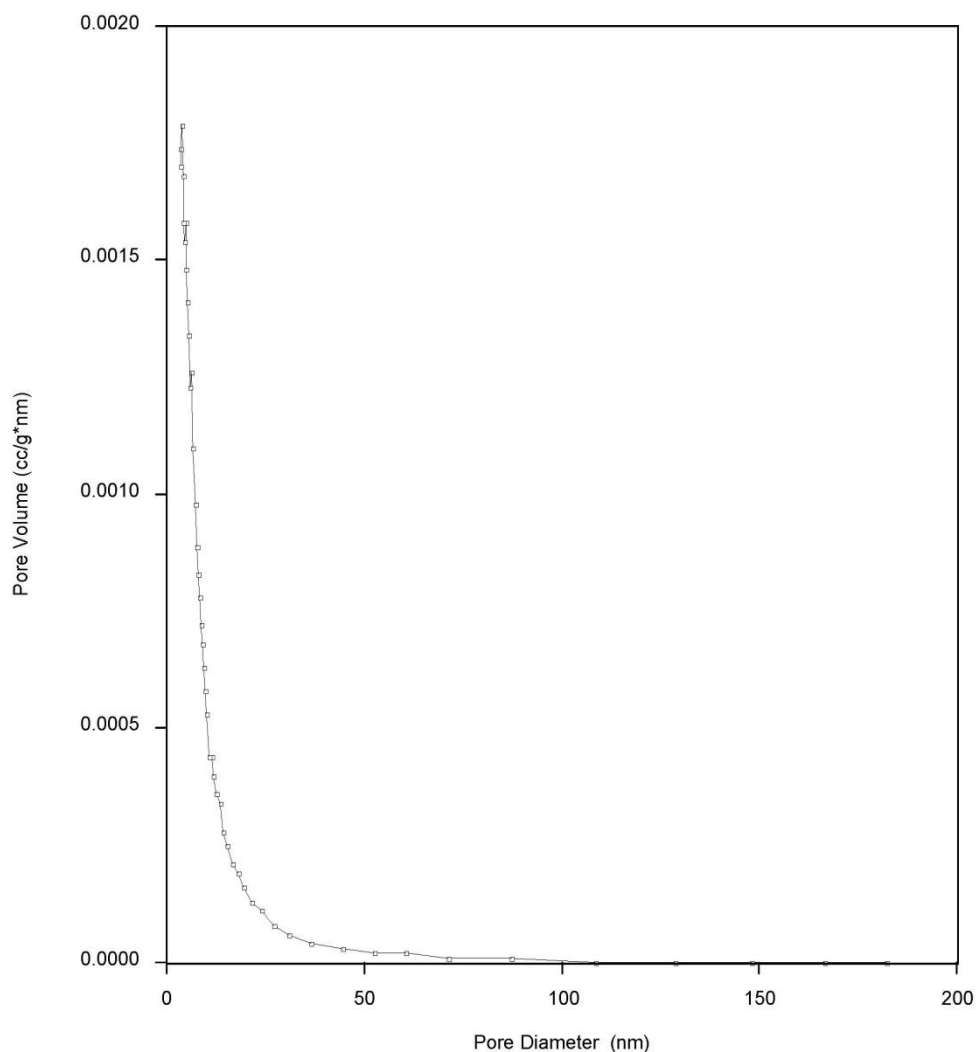
| Ps/Po | BET Function | Vads | cc/g (STP) |
|--------|--------------|------|------------|
| 0.0500 | 4.167032 | | 0.013 |
| 0.0800 | 3.355016 | | 0.026 |
| 0.1200 | 2.272328 | | 0.060 |
| 0.1600 | 1.189640 | | 0.160 |
| 0.2000 | 0.106952 | | 2.337 |

**COULTER****SA3100**

| | | | |
|------------|---------|------------------|------|
| Serial No. | AK46020 | Software Version | 2.13 |
|------------|---------|------------------|------|

| | | | |
|-----------|----------|--------------------|----------|
| Sample ID | FILMS1 | Start Date | 05/24/11 |
| Customer | ITBA | Start Time | 16:30:54 |
| Operator | GUSTAVO | Elapsed Time | 32 min |
| Sample Wt | 0.1506 g | Outgas Time | 0 min |
| Profile | BET | Outgas Temperature | 40 C |

BJH Pore Volume vs Diameter



**COULTER****SA3100**

| | | | |
|------------|---------|------------------|------|
| Serial No. | AK46020 | Software Version | 2.13 |
|------------|---------|------------------|------|

| | | | |
|-----------|----------|--------------------|----------|
| Sample ID | FILMS1 | Start Date | 05/24/11 |
| Customer | ITBA | Start Time | 16:30:54 |
| Operator | GUSTAVO | Elapsed Time | 32 min |
| Sample Wt | 0.1506 g | Outgas Time | 0 min |
| Profile | BET | Outgas Temperature | 40 C |

Adsorption BJH Pore Volume Distribution

| Diameter Range (nm) | Average Diameter (nm) | d(Vp)/d(Dp) (ml/g*nm) | Incremental Volume (ml/g) | Cumulative Volume (ml/g) | % Volume |
|---------------------|-----------------------|-----------------------|---------------------------|--------------------------|----------|
| 190.68-173.58 | 182.13 | 0.00000 | 0.00002 | 0.00002 | 0.17 |
| 173.58-159.33 | 166.46 | 0.00000 | 0.00002 | 0.00005 | 0.17 |
| 159.33-136.94 | 148.13 | 0.00000 | 0.00005 | 0.00009 | 0.35 |
| 136.94-120.13 | 128.53 | 0.00000 | 0.00005 | 0.00014 | 0.35 |
| 120.13- 96.57 | 108.35 | 0.00000 | 0.00010 | 0.00024 | 0.76 |
| 96.57- 77.70 | 87.14 | 0.00001 | 0.00014 | 0.00038 | 1.09 |
| 77.70- 65.10 | 71.40 | 0.00001 | 0.00015 | 0.00053 | 1.15 |
| 65.10- 56.08 | 60.59 | 0.00002 | 0.00014 | 0.00067 | 1.03 |
| 56.08- 49.29 | 52.68 | 0.00002 | 0.00014 | 0.00081 | 1.07 |
| 49.29- 39.77 | 44.53 | 0.00003 | 0.00027 | 0.00108 | 2.04 |
| 39.77- 33.38 | 36.57 | 0.00004 | 0.00025 | 0.00133 | 1.90 |
| 33.38- 28.80 | 31.09 | 0.00006 | 0.00027 | 0.00160 | 2.05 |
| 28.80- 25.35 | 27.07 | 0.00008 | 0.00027 | 0.00187 | 2.03 |
| 25.35- 22.65 | 24.00 | 0.00011 | 0.00029 | 0.00216 | 2.19 |
| 22.65- 20.47 | 21.56 | 0.00013 | 0.00028 | 0.00244 | 2.11 |
| 20.47- 18.69 | 19.58 | 0.00016 | 0.00029 | 0.00273 | 2.18 |
| 18.69- 17.19 | 17.94 | 0.00019 | 0.00028 | 0.00300 | 2.10 |
| 17.19- 15.92 | 16.56 | 0.00021 | 0.00026 | 0.00327 | 2.00 |
| 15.92- 14.82 | 15.37 | 0.00025 | 0.00027 | 0.00354 | 2.06 |
| 14.82- 13.87 | 14.35 | 0.00028 | 0.00027 | 0.00381 | 2.06 |
| 13.87- 13.03 | 13.45 | 0.00034 | 0.00028 | 0.00409 | 2.15 |
| 13.03- 12.29 | 12.66 | 0.00036 | 0.00027 | 0.00436 | 2.05 |
| 12.29- 11.62 | 11.95 | 0.00040 | 0.00027 | 0.00463 | 2.02 |
| 11.62- 11.02 | 11.32 | 0.00044 | 0.00026 | 0.00489 | 2.00 |
| 11.02- 10.48 | 10.75 | 0.00044 | 0.00024 | 0.00513 | 1.81 |
| 10.48- 9.99 | 10.24 | 0.00053 | 0.00026 | 0.00540 | 1.99 |
| 9.99- 9.54 | 9.77 | 0.00058 | 0.00026 | 0.00566 | 1.98 |
| 9.54- 9.13 | 9.34 | 0.00063 | 0.00026 | 0.00592 | 1.97 |
| 9.13- 8.75 | 8.94 | 0.00068 | 0.00026 | 0.00618 | 1.96 |
| 8.75- 8.40 | 8.58 | 0.00072 | 0.00025 | 0.00643 | 1.92 |
| 8.40- 8.08 | 8.24 | 0.00078 | 0.00025 | 0.00668 | 1.91 |
| 8.08- 7.78 | 7.93 | 0.00083 | 0.00025 | 0.00693 | 1.90 |
| 7.78- 7.50 | 7.64 | 0.00089 | 0.00025 | 0.00718 | 1.90 |
| 7.50- 6.99 | 7.24 | 0.00098 | 0.00050 | 0.00769 | 3.80 |
| 6.99- 6.54 | 6.76 | 0.00110 | 0.00049 | 0.00818 | 3.75 |
| 6.54- 6.14 | 6.34 | 0.00126 | 0.00050 | 0.00868 | 3.81 |

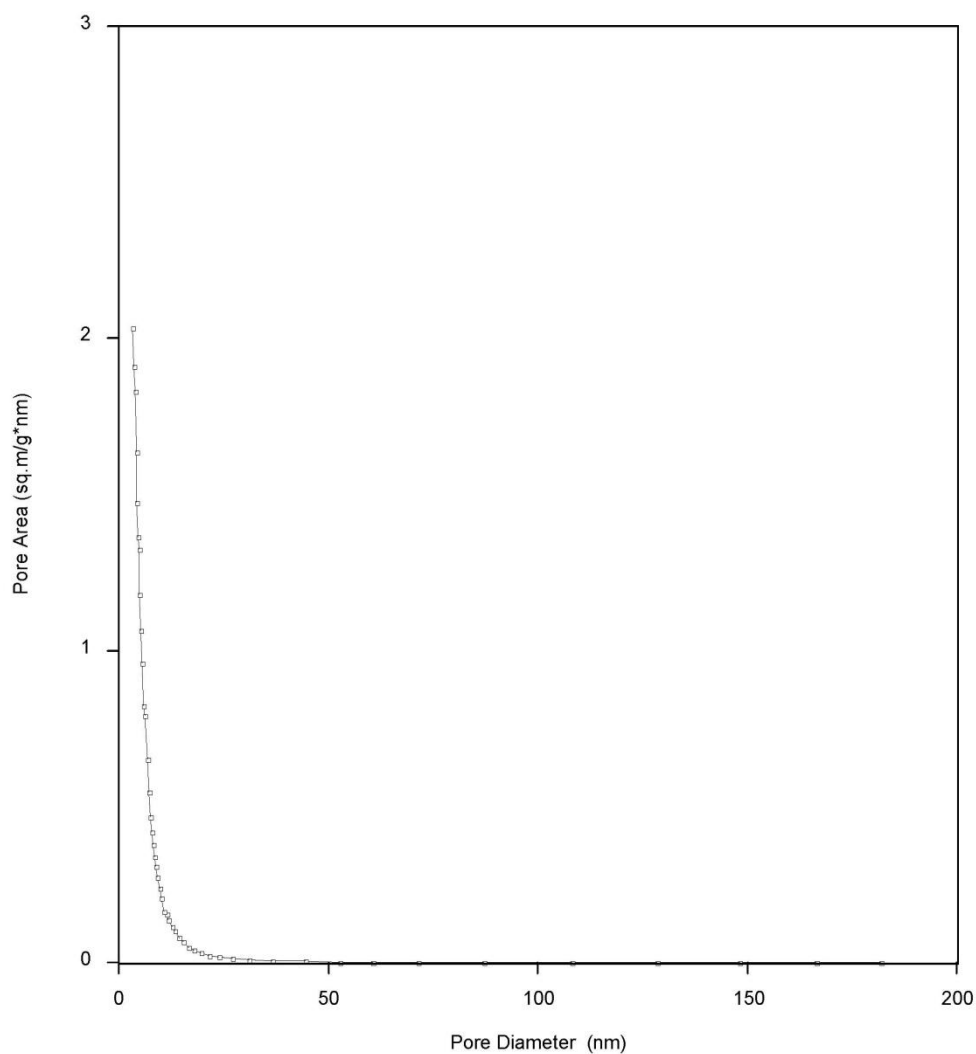
| | | | | | | |
|-------|------|------|---------|---------|---------|------|
| 6.14- | 5.78 | 5.96 | 0.00123 | 0.00044 | 0.00913 | 3.35 |
| 5.78- | 5.45 | 5.61 | 0.00134 | 0.00044 | 0.00956 | 3.31 |
| 5.45- | 5.16 | 5.30 | 0.00141 | 0.00042 | 0.00998 | 3.16 |
| 5.16- | 4.89 | 5.02 | 0.00148 | 0.00040 | 0.01038 | 3.02 |
| 4.89- | 4.64 | 4.76 | 0.00158 | 0.00039 | 0.01077 | 2.96 |
| 4.64- | 4.41 | 4.52 | 0.00154 | 0.00035 | 0.01112 | 2.66 |
| 4.41- | 4.20 | 4.30 | 0.00158 | 0.00033 | 0.01145 | 2.54 |
| 4.20- | 4.00 | 4.10 | 0.00168 | 0.00033 | 0.01178 | 2.50 |
| 4.00- | 3.82 | 3.91 | 0.00179 | 0.00033 | 0.01211 | 2.49 |
| 3.82- | 3.48 | 3.65 | 0.00174 | 0.00058 | 0.01269 | 4.41 |
| 3.48- | 3.19 | 3.34 | 0.00170 | 0.00050 | 0.01320 | 3.81 |

**COULTER****SA3100**

| | | | |
|------------|---------|------------------|------|
| Serial No. | AK46020 | Software Version | 2.13 |
|------------|---------|------------------|------|

| | | | |
|-----------|----------|--------------------|----------|
| Sample ID | FILMS1 | Start Date | 05/24/11 |
| Customer | ITBA | Start Time | 16:30:54 |
| Operator | GUSTAVO | Elapsed Time | 32 min |
| Sample Wt | 0.1506 g | Outgas Time | 0 min |
| Profile | BET | Outgas Temperature | 40 C |

BJH Pore Area vs Diameter



**COULTER****SA3100**

| | | | |
|------------|---------|------------------|------|
| Serial No. | AK46020 | Software Version | 2.13 |
|------------|---------|------------------|------|

| | | | |
|-----------|----------|--------------------|----------|
| Sample ID | FILMS1 | Start Date | 05/24/11 |
| Customer | ITBA | Start Time | 16:30:54 |
| Operator | GUSTAVO | Elapsed Time | 32 min |
| Sample Wt | 0.1506 g | Outgas Time | 0 min |
| Profile | BET | Outgas Temperature | 40 C |

Adsorption BJH Pore Area Distribution

| Diameter Range (nm) | Average Diameter (nm) | d(Sp)/d(Dp) (sq.m/g*nm) | Incremental Area (sq.m/g) | Cumulative Area (sq.m/g) | % Volume |
|---------------------|-----------------------|-------------------------|---------------------------|--------------------------|----------|
| 190.68-173.58 | 182.13 | 0.0000 | 0.0005 | 0.0005 | 0.01 |
| 173.58-159.33 | 166.46 | 0.0000 | 0.0006 | 0.0011 | 0.01 |
| 159.33-136.94 | 148.13 | 0.0001 | 0.0012 | 0.0023 | 0.02 |
| 136.94-120.13 | 128.53 | 0.0001 | 0.0014 | 0.0037 | 0.02 |
| 120.13- 96.57 | 108.35 | 0.0002 | 0.0037 | 0.0075 | 0.05 |
| 96.57- 77.70 | 87.14 | 0.0003 | 0.0066 | 0.0141 | 0.09 |
| 77.70- 65.10 | 71.40 | 0.0007 | 0.0085 | 0.0226 | 0.12 |
| 65.10- 56.08 | 60.59 | 0.0010 | 0.0090 | 0.0316 | 0.13 |
| 56.08- 49.29 | 52.68 | 0.0016 | 0.0107 | 0.0423 | 0.15 |
| 49.29- 39.77 | 44.53 | 0.0025 | 0.0242 | 0.0665 | 0.35 |
| 39.77- 33.38 | 36.57 | 0.0043 | 0.0274 | 0.0939 | 0.39 |
| 33.38- 28.80 | 31.09 | 0.0076 | 0.0348 | 0.1287 | 0.50 |
| 28.80- 25.35 | 27.07 | 0.0114 | 0.0396 | 0.1682 | 0.57 |
| 25.35- 22.65 | 24.00 | 0.0178 | 0.0482 | 0.2164 | 0.69 |
| 22.65- 20.47 | 21.56 | 0.0238 | 0.0517 | 0.2681 | 0.74 |
| 20.47- 18.69 | 19.58 | 0.0329 | 0.0587 | 0.3268 | 0.85 |
| 18.69- 17.19 | 17.94 | 0.0413 | 0.0619 | 0.3887 | 0.89 |
| 17.19- 15.92 | 16.56 | 0.0501 | 0.0637 | 0.4524 | 0.92 |
| 15.92- 14.82 | 15.37 | 0.0645 | 0.0707 | 0.5231 | 1.02 |
| 14.82- 13.87 | 14.35 | 0.0794 | 0.0758 | 0.5989 | 1.09 |
| 13.87- 13.03 | 13.45 | 0.1007 | 0.0845 | 0.6834 | 1.22 |
| 13.03- 12.29 | 12.66 | 0.1148 | 0.0854 | 0.7688 | 1.23 |
| 12.29- 11.62 | 11.95 | 0.1345 | 0.0894 | 0.8582 | 1.29 |
| 11.62- 11.02 | 11.32 | 0.1559 | 0.0931 | 0.9513 | 1.34 |
| 11.02- 10.48 | 10.75 | 0.1646 | 0.0889 | 1.0402 | 1.28 |
| 10.48- 9.99 | 10.24 | 0.2087 | 0.1025 | 1.1426 | 1.47 |
| 9.99- 9.54 | 9.77 | 0.2387 | 0.1070 | 1.2497 | 1.54 |
| 9.54- 9.13 | 9.34 | 0.2712 | 0.1115 | 1.3612 | 1.60 |
| 9.13- 8.75 | 8.94 | 0.3062 | 0.1160 | 1.4772 | 1.67 |
| 8.75- 8.40 | 8.58 | 0.3371 | 0.1180 | 1.5951 | 1.70 |
| 8.40- 8.08 | 8.24 | 0.3774 | 0.1225 | 1.7176 | 1.76 |
| 8.08- 7.78 | 7.93 | 0.4200 | 0.1268 | 1.8444 | 1.82 |
| 7.78- 7.50 | 7.64 | 0.4653 | 0.1310 | 1.9754 | 1.88 |
| 7.50- 6.99 | 7.24 | 0.5436 | 0.2773 | 2.2527 | 3.99 |
| 6.99- 6.54 | 6.76 | 0.6493 | 0.2925 | 2.5451 | 4.21 |
| 6.54- 6.14 | 6.34 | 0.7927 | 0.3179 | 2.8630 | 4.57 |

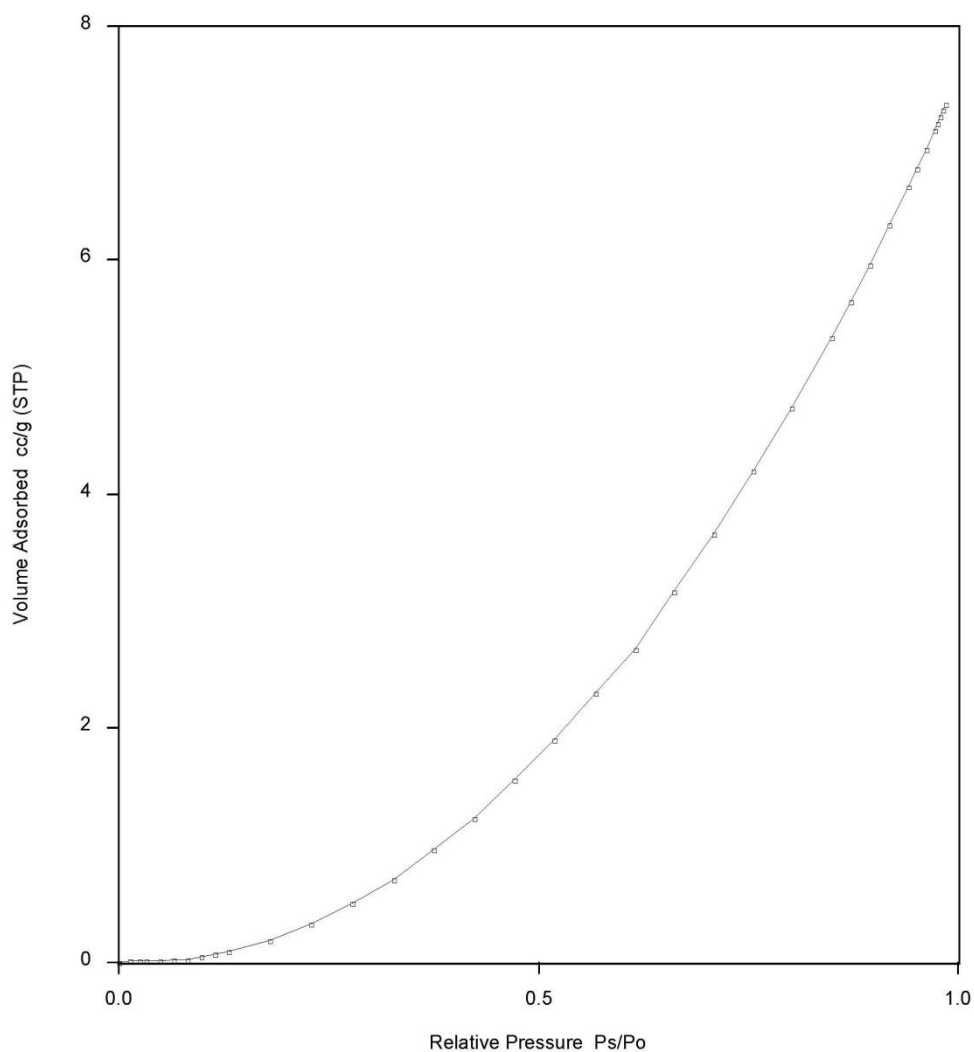
| | | | | | | |
|-------|------|------|--------|--------|--------|------|
| 6.14- | 5.78 | 5.96 | 0.8246 | 0.2966 | 3.1596 | 4.27 |
| 5.78- | 5.45 | 5.61 | 0.9573 | 0.3110 | 3.4706 | 4.47 |
| 5.45- | 5.16 | 5.30 | 1.0664 | 0.3147 | 3.7854 | 4.53 |
| 5.16- | 4.89 | 5.02 | 1.1768 | 0.3173 | 4.1026 | 4.56 |
| 4.89- | 4.64 | 4.76 | 1.3245 | 0.3278 | 4.4305 | 4.72 |
| 4.64- | 4.41 | 4.52 | 1.3619 | 0.3109 | 4.7414 | 4.47 |
| 4.41- | 4.20 | 4.30 | 1.4720 | 0.3113 | 5.0527 | 4.48 |
| 4.20- | 4.00 | 4.10 | 1.6380 | 0.3221 | 5.3748 | 4.63 |
| 4.00- | 3.82 | 3.91 | 1.8301 | 0.3360 | 5.7108 | 4.83 |
| 3.82- | 3.48 | 3.65 | 1.9106 | 0.6375 | 6.3483 | 9.17 |
| 3.48- | 3.19 | 3.34 | 2.0325 | 0.6031 | 6.9514 | 8.68 |

**COULTER****SA3100**

| | | | |
|------------|---------|------------------|------|
| Serial No. | AK46020 | Software Version | 2.13 |
|------------|---------|------------------|------|

| | | | |
|-----------|----------|--------------------|----------|
| Sample ID | FILMS1 | Start Date | 05/24/11 |
| Customer | ITBA | Start Time | 16:30:54 |
| Operator | GUSTAVO | Elapsed Time | 32 min |
| Sample Wt | 0.1506 g | Outgas Time | 0 min |
| Profile | BET | Outgas Temperature | 40 C |

Isotherm



**COULTER****SA3100**

| | | | |
|------------|---------|------------------|------|
| Serial No. | AK46020 | Software Version | 2.13 |
|------------|---------|------------------|------|

| | | | |
|-----------|----------|--------------------|----------|
| Sample ID | FILMS1 | Start Date | 05/24/11 |
| Customer | ITBA | Start Time | 16:30:54 |
| Operator | GUSTAVO | Elapsed Time | 32 min |
| Sample Wt | 0.1506 g | Outgas Time | 0 min |
| Profile | BET | Outgas Temperature | 40 C |

Isotherm Data

Freespace Calculation

| | |
|-------------------------|---------|
| Slope | 0.0343 |
| Intercept | -0.0014 |
| Correlation Coefficient | 1.00000 |

Isotherm Data Table

| Ps/Po | Vads cc/g(STP) | Ps mmHg | Po mmHg |
|--------|----------------|---------|---------|
| 0.0000 | 0.000 | 0.001 | 768.84 |
| 0.0129 | 0.013 | 9.898 | 768.90 |
| 0.0253 | 0.010 | 19.417 | 768.87 |
| 0.0323 | 0.008 | 24.806 | 768.96 |
| 0.0488 | 0.011 | 37.544 | 768.93 |
| 0.0654 | 0.018 | 50.296 | 768.96 |
| 0.0820 | 0.029 | 63.068 | 769.06 |
| 0.0985 | 0.042 | 75.791 | 769.14 |
| 0.1150 | 0.069 | 88.450 | 769.07 |
| 0.1315 | 0.091 | 101.154 | 769.18 |
| 0.1807 | 0.185 | 139.004 | 769.20 |
| 0.2297 | 0.323 | 176.650 | 769.20 |
| 0.2784 | 0.505 | 214.152 | 769.23 |
| 0.3271 | 0.704 | 251.637 | 769.29 |
| 0.3755 | 0.959 | 288.842 | 769.28 |
| 0.4238 | 1.233 | 326.010 | 769.30 |
| 0.4718 | 1.561 | 362.921 | 769.31 |
| 0.5196 | 1.901 | 399.758 | 769.30 |
| 0.5672 | 2.295 | 436.319 | 769.31 |
| 0.6148 | 2.678 | 473.031 | 769.35 |
| 0.6617 | 3.168 | 509.094 | 769.40 |
| 0.7091 | 3.658 | 545.551 | 769.36 |
| 0.7556 | 4.205 | 581.378 | 769.43 |
| 0.8025 | 4.739 | 617.483 | 769.41 |
| 0.8488 | 5.338 | 653.107 | 769.41 |
| 0.8720 | 5.642 | 671.005 | 769.52 |
| 0.8949 | 5.958 | 688.640 | 769.50 |
| 0.9179 | 6.301 | 706.336 | 769.51 |
| 0.9405 | 6.627 | 723.795 | 769.57 |

| | | | |
|--------|-------|---------|--------|
| 0.9512 | 6.776 | 732.024 | 769.61 |
| 0.9616 | 6.940 | 740.070 | 769.65 |
| 0.9720 | 7.105 | 748.103 | 769.63 |
| 0.9753 | 7.173 | 750.633 | 769.65 |
| 0.9786 | 7.226 | 753.221 | 769.69 |
| 0.9821 | 7.283 | 755.842 | 769.60 |
| 0.9853 | 7.329 | 758.433 | 769.71 |

Resultados segundo estudio de área superficial

**COULTER****SA3100**

| | | | |
|------------|---------|--------------------|----------|
| Serial No. | AK46020 | Software Version | 2.13 |
| Sample ID | PRUEBA6 | Start Date | 05/27/11 |
| Customer | ITBA | Start Time | 18:35:39 |
| Operator | GUSTAVO | Elapsed Time | 18 min |
| Sample Wt | 0.151 g | Outgas Time | 90 min |
| Profile | BET | Outgas Temperature | 100 C |

Summary

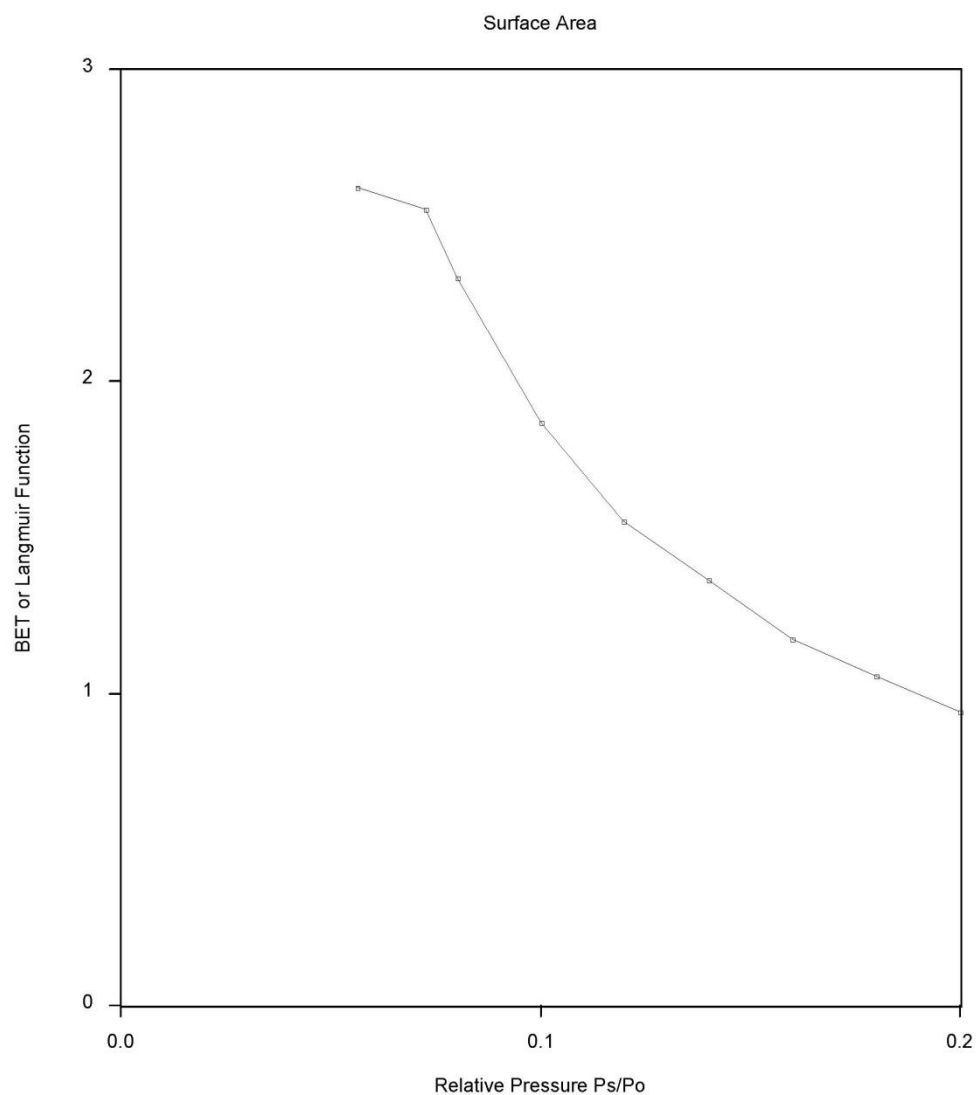
Surface Area Report

| | |
|-------------------------|--------------|
| BET Surface area | 0.000 sq.m/g |
| Correlation Coefficient | -0.97377 |

**COULTER****SA3100**

| | | | |
|------------|---------|------------------|------|
| Serial No. | AK46020 | Software Version | 2.13 |
|------------|---------|------------------|------|

| | | | |
|-----------|---------|--------------------|----------|
| Sample ID | PRUEBA6 | Start Date | 05/27/11 |
| Customer | ITBA | Start Time | 18:35:39 |
| Operator | GUSTAVO | Elapsed Time | 18 min |
| Sample Wt | 0.151 g | Outgas Time | 90 min |
| Profile | BET | Outgas Temperature | 100 C |



**COULTER****SA3100**

| | | | |
|------------|---------|------------------|------|
| Serial No. | AK46020 | Software Version | 2.13 |
|------------|---------|------------------|------|

| | | | |
|-----------|---------|--------------------|----------|
| Sample ID | PRUEBA6 | Start Date | 05/27/11 |
| Customer | ITBA | Start Time | 18:35:39 |
| Operator | GUSTAVO | Elapsed Time | 18 min |
| Sample Wt | 0.151 g | Outgas Time | 90 min |
| Profile | BET | Outgas Temperature | 100 C |

Surface Area Report

BET Surface area 0.000 sq.m/g

| | |
|-------------------------|-------------------|
| Slope | -12.605876 |
| Intercept | 3.271524 |
| C_value | 0.000 |
| Monolayer Volume | 0.0000 cc/g (STP) |
| Correlation Coefficient | -0.97377 |

One Point BET Surface Area (Ps/Po=0.3) 0.000 sq.m/g

Analysis Data

| Ps/Po | BET Function | Vads | cc/g (STP) |
|--------|--------------|------|------------|
| 0.0563 | 2.621740 | | 0.023 |
| 0.0726 | 2.549467 | | 0.031 |
| 0.0801 | 2.329413 | | 0.037 |
| 0.1000 | 1.870174 | | 0.059 |
| 0.1199 | 1.554488 | | 0.088 |
| 0.1400 | 1.364252 | | 0.119 |
| 0.1600 | 1.173921 | | 0.162 |
| 0.1801 | 1.055775 | | 0.208 |
| 0.2001 | 0.943421 | | 0.265 |

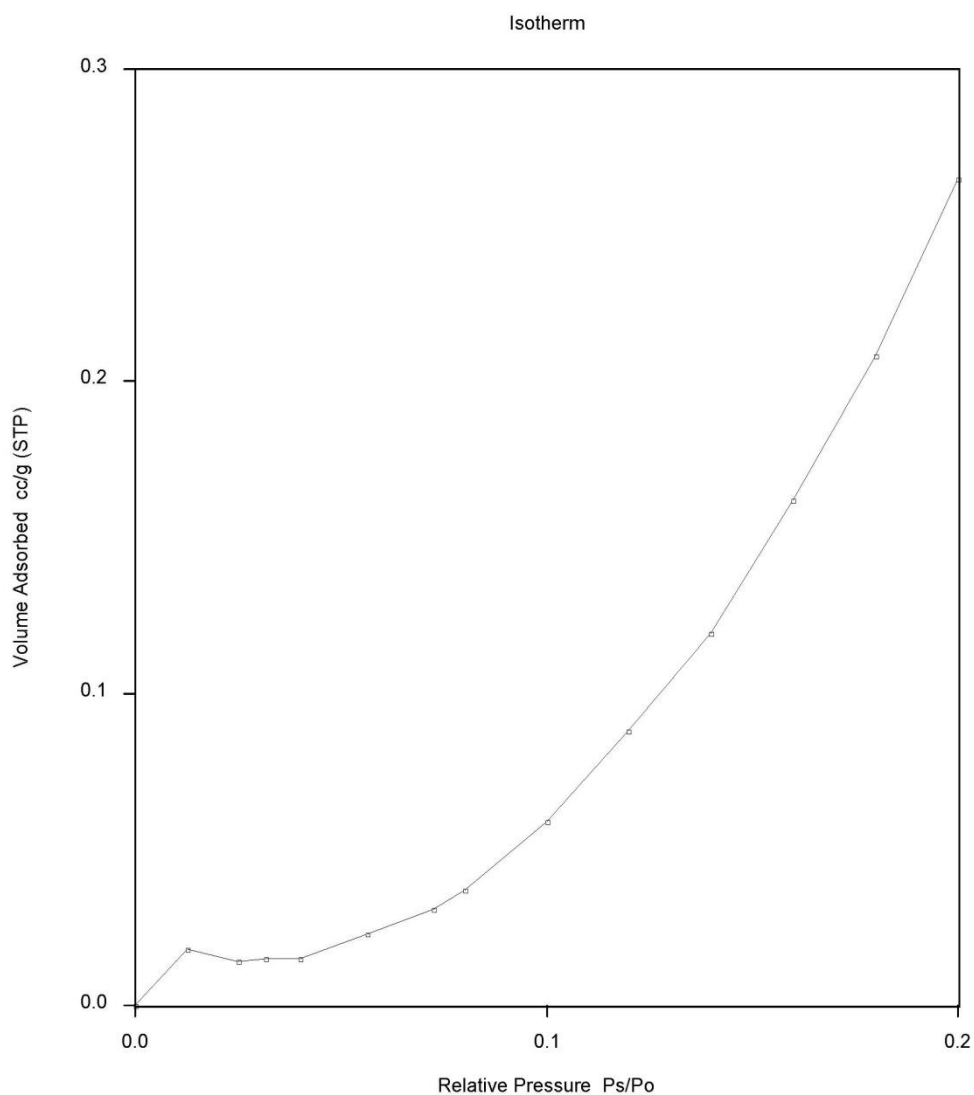
Interpolated Data

| Ps/Po | BET Function | Vads | cc/g (STP) |
|--------|--------------|------|------------|
| 0.0500 | 2.641231 | | 0.020 |
| 0.0800 | 2.263054 | | 0.038 |
| 0.1200 | 1.758819 | | 0.078 |
| 0.1600 | 1.254584 | | 0.152 |
| 0.2000 | 0.750349 | | 0.333 |

**COULTER****SA3100**

| | | | |
|------------|---------|------------------|------|
| Serial No. | AK46020 | Software Version | 2.13 |
|------------|---------|------------------|------|

| | | | |
|-----------|---------|--------------------|----------|
| Sample ID | PRUEBA6 | Start Date | 05/27/11 |
| Customer | ITBA | Start Time | 18:35:39 |
| Operator | GUSTAVO | Elapsed Time | 18 min |
| Sample Wt | 0.151 g | Outgas Time | 90 min |
| Profile | BET | Outgas Temperature | 100 C |



**COULTER****SA3100**

| | | | |
|------------|---------|------------------|------|
| Serial No. | AK46020 | Software Version | 2.13 |
|------------|---------|------------------|------|

| | | | |
|-----------|---------|--------------------|----------|
| Sample ID | PRUEBA6 | Start Date | 05/27/11 |
| Customer | ITBA | Start Time | 18:35:39 |
| Operator | GUSTAVO | Elapsed Time | 18 min |
| Sample Wt | 0.151 g | Outgas Time | 90 min |
| Profile | BET | Outgas Temperature | 100 C |

Isotherm Data


Freespace Calculation

| | |
|-------------------------|---------|
| Slope | 0.0341 |
| Intercept | -0.0016 |
| Correlation Coefficient | 1.00000 |

Isotherm Data Table

| Ps/Po | Vads cc/g(STP) | Ps mmHg | Po mmHg |
|--------|----------------|---------|---------|
| 0.0000 | 0.000 | 0.001 | 781.84 |
| 0.0126 | 0.018 | 9.846 | 781.74 |
| 0.0249 | 0.014 | 19.466 | 781.76 |
| 0.0318 | 0.015 | 24.850 | 781.89 |
| 0.0399 | 0.015 | 31.242 | 782.11 |
| 0.0563 | 0.023 | 44.021 | 781.94 |
| 0.0726 | 0.031 | 56.814 | 782.17 |
| 0.0801 | 0.037 | 62.630 | 782.36 |
| 0.1000 | 0.059 | 78.236 | 782.41 |
| 0.1199 | 0.088 | 93.834 | 782.62 |
| 0.1400 | 0.119 | 109.558 | 782.75 |
| 0.1600 | 0.162 | 125.161 | 782.33 |
| 0.1801 | 0.208 | 140.912 | 782.29 |
| 0.2001 | 0.265 | 156.601 | 782.48 |

Resultados tercer estudio de área superficial

| | | | |
|---|----------|--------------------|----------|
|  COULTER | | SA3100 | |
| Serial No. | AK46030 | Software Version | 2.13 |
| Sample ID | FILMS3 | Start Date | 06/29/11 |
| Customer | ITBA | Start Time | 12:43:47 |
| Operator | MAURO | Elapsed Time | 18 min |
| Sample Wt | 0.1507 g | Outgas Time | 330 min |
| Profile | BET | Outgas Temperature | 50 C |

Summary

Surface Area Report

| | |
|-------------------------|--------------|
| BET Surface area | 0.077 sq.m/g |
| Correlation Coefficient | 0.40140 |

Resultados cuarto estudio de área superficial

**COULTER****SA3100**

| | | | |
|------------|----------|--------------------|----------|
| Serial No. | AK46020 | Software Version | 2.13 |
| Sample ID | FILMS4 | Start Date | 07/01/11 |
| Customer | ITBA | Start Time | 20:57:11 |
| Operator | MAURO | Elapsed Time | 17 min |
| Sample Wt | 0.1473 g | Outgas Time | 0 min |
| Profile | BET | Outgas Temperature | 130 C |

Summary

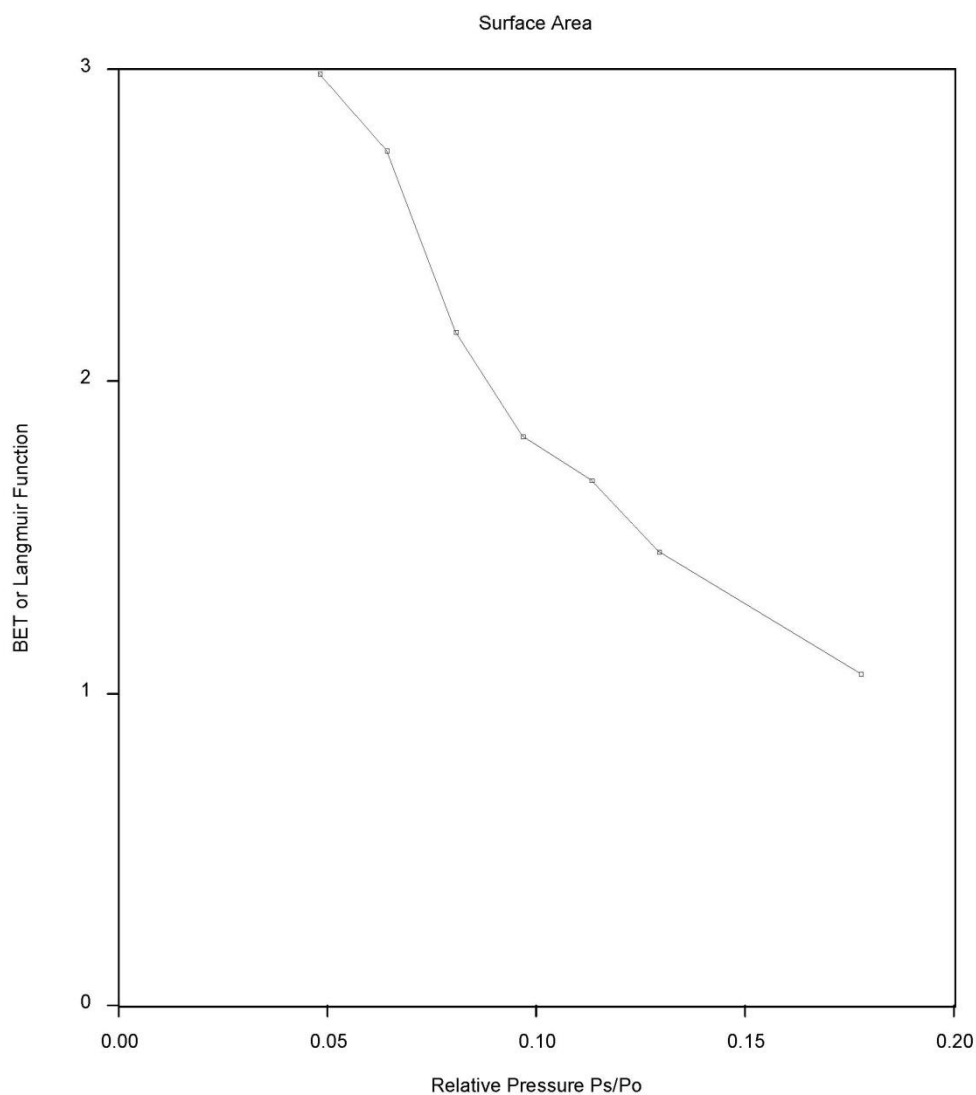
Surface Area Report

| | |
|-------------------------|--------------|
| BET Surface area | 0.000 sq.m/g |
| Correlation Coefficient | -0.95907 |

**COULTER****SA3100**

| | | | |
|------------|---------|------------------|------|
| Serial No. | AK46020 | Software Version | 2.13 |
|------------|---------|------------------|------|

| | | | |
|-----------|----------|--------------------|----------|
| Sample ID | FILMS4 | Start Date | 07/01/11 |
| Customer | ITBA | Start Time | 20:57:11 |
| Operator | MAURO | Elapsed Time | 17 min |
| Sample Wt | 0.1473 g | Outgas Time | 0 min |
| Profile | BET | Outgas Temperature | 130 C |



**COULTER****SA3100**

| | | | |
|------------|---------|------------------|------|
| Serial No. | AK46020 | Software Version | 2.13 |
|------------|---------|------------------|------|

| | | | |
|-----------|----------|--------------------|----------|
| Sample ID | FILMS4 | Start Date | 07/01/11 |
| Customer | ITBA | Start Time | 20:57:11 |
| Operator | MAURO | Elapsed Time | 17 min |
| Sample Wt | 0.1473 g | Outgas Time | 0 min |
| Profile | BET | Outgas Temperature | 130 C |

Surface Area Report

BET Surface area 0.000 sq.m/g

| | |
|-------------------------|-------------------|
| Slope | -15.142618 |
| Intercept | 3.521636 |
| C_value | 0.000 |
| Monolayer Volume | 0.0000 cc/g (STP) |
| Correlation Coefficient | -0.95907 |

One Point BET Surface Area (Ps/Po=0.3) 0.000 sq.m/g

Analysis Data

| Ps/Po | BET Function | Vads | cc/g (STP) |
|--------|--------------|------|------------|
| 0.0479 | 2.985779 | | 0.017 |
| 0.0643 | 2.739481 | | 0.025 |
| 0.0805 | 2.159823 | | 0.041 |
| 0.0967 | 1.826762 | | 0.059 |
| 0.1130 | 1.682686 | | 0.076 |
| 0.1292 | 1.454161 | | 0.102 |
| 0.1777 | 1.063787 | | 0.203 |

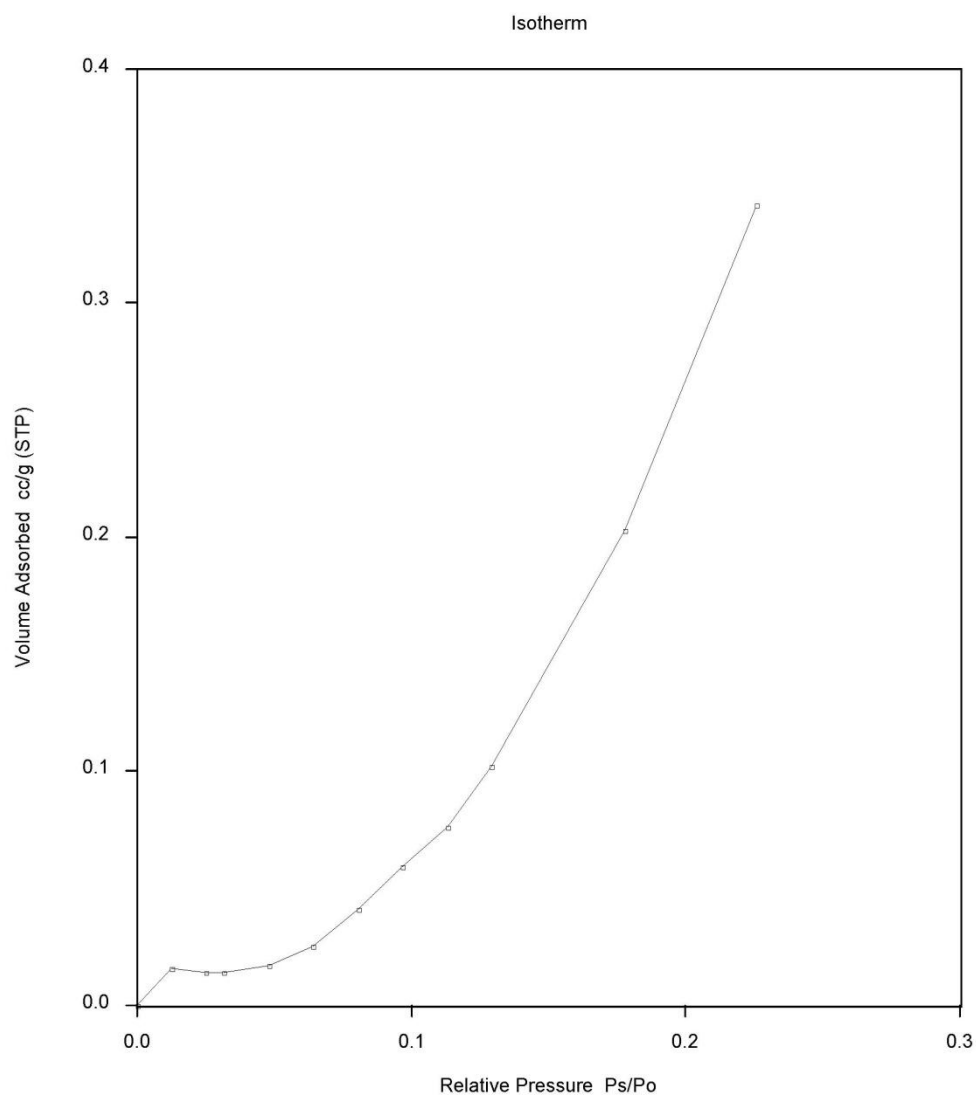
Interpolated Data

| Ps/Po | BET Function | Vads | cc/g (STP) |
|--------|--------------|------|------------|
| 0.0500 | 2.764505 | | 0.019 |
| 0.0800 | 2.310227 | | 0.038 |
| 0.1200 | 1.704522 | | 0.080 |
| 0.1600 | 1.098818 | | 0.173 |
| 0.2000 | 0.493113 | | 0.507 |

**COULTER****SA3100**

| | | | |
|------------|---------|------------------|------|
| Serial No. | AK46020 | Software Version | 2.13 |
|------------|---------|------------------|------|

| | | | |
|-----------|----------|--------------------|----------|
| Sample ID | FILMS4 | Start Date | 07/01/11 |
| Customer | ITBA | Start Time | 20:57:11 |
| Operator | MAURO | Elapsed Time | 17 min |
| Sample Wt | 0.1473 g | Outgas Time | 0 min |
| Profile | BET | Outgas Temperature | 130 C |



**COULTER****SA3100**

| | | | |
|------------|---------|------------------|------|
| Serial No. | AK46020 | Software Version | 2.13 |
|------------|---------|------------------|------|

| | | | |
|-----------|----------|--------------------|----------|
| Sample ID | FILMS4 | Start Date | 07/01/11 |
| Customer | ITBA | Start Time | 20:57:11 |
| Operator | MAURO | Elapsed Time | 17 min |
| Sample Wt | 0.1473 g | Outgas Time | 0 min |
| Profile | BET | Outgas Temperature | 130 C |

Isotherm Data

Freespace Calculation

| | |
|-------------------------|---------|
| Slope | 0.0342 |
| Intercept | -0.0013 |
| Correlation Coefficient | 1.00000 |

Isotherm Data Table

| Ps/Po | Vads cc/g(STP) | Ps mmHg | Po mmHg |
|--------|----------------|---------|---------|
| 0.0000 | 0.000 | 0.001 | 781.95 |
| 0.0125 | 0.016 | 9.774 | 781.87 |
| 0.0248 | 0.014 | 19.389 | 781.85 |
| 0.0316 | 0.014 | 24.687 | 781.44 |
| 0.0479 | 0.017 | 37.414 | 781.66 |
| 0.0643 | 0.025 | 50.216 | 781.19 |
| 0.0805 | 0.041 | 62.875 | 781.50 |
| 0.0967 | 0.059 | 75.603 | 781.56 |
| 0.1130 | 0.076 | 88.315 | 781.32 |
| 0.1292 | 0.102 | 100.957 | 781.58 |
| 0.1777 | 0.203 | 138.788 | 781.23 |
| 0.2260 | 0.342 | 176.594 | 781.46 |

Resultados quinto estudio de área superficial

07/06/2011

Quantachrome Instruments
Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report
Autosorb 1 for Windows 1.51

File name: C:\QCDATA\PHYSDATA\FILM POLIMEROS INTEC DTP T.raw
Sample ID: FILMS POLIMEROS Description: 12 MM CON ROD
Comments:
Operator: MONICA Sample weight: 0.2664 g
Analysis gas: Nitrogen X sect. area: 16.2 Å²/molec Non-ideality: 6.58e-05
Adsbate (DRP): Nitrogen Bath Temp.: 77.30
Outgas Temp: 90.0 °C Outgas Time: 12.0 hrs Analysis Time: 197.5 min
P/Po tolerance: 2 Equil. time: 3 End of run: 07/05/2011 13:10
Station #: 1 PC sw. version: 1.51 TempComp: On

Isotherm

| P/Po | Volume [cc/g] STP | P/Po | Volume [cc/g] STP |
|------------|----------------------|------------|----------------------|
| 1.6943e-02 | 0.0428 | 2.5678e-01 | 0.4002 |
| 2.7285e-02 | 0.0553 | 2.9151e-01 | 0.5064 |
| 3.2306e-02 | 0.0657 | 4.0480e-01 | 0.8853 |
| 3.7304e-02 | 0.0793 | 5.0508e-01 | 1.3090 |
| 4.7297e-02 | 0.0881 | 6.0444e-01 | 1.8029 |
| 5.7306e-02 | 0.0935 | 7.0341e-01 | 2.3825 |
| 8.2176e-02 | 0.1182 | 8.0855e-01 | 3.0997 |
| 1.0718e-01 | 0.1517 | 9.0780e-01 | 4.0507 |
| 1.5693e-01 | 0.2193 | 9.8421e-01 | 5.1375 |
| 2.0680e-01 | 0.2964 | | |

MULTIPOINT BET

| P/Po | Volume [cc/g] STP | 1/(W((Po/P)-1)) |
|------------|----------------------|-----------------|
| 1.6943e-02 | 0.0428 | 3.220E+02 |
| 2.7285e-02 | 0.0553 | 4.055E+02 |
| 3.2306e-02 | 0.0657 | 4.068E+02 |
| 3.7304e-02 | 0.0793 | 3.912E+02 |
| 4.7297e-02 | 0.0881 | 4.510E+02 |
| 5.7306e-02 | 0.0935 | 5.204E+02 |
| 8.2176e-02 | 0.1182 | 6.061E+02 |
| 1.0718e-01 | 0.1517 | 6.334E+02 |
| 1.5693e-01 | 0.2193 | 6.792E+02 |
| 2.0680e-01 | 0.2964 | 7.037E+02 |
| 2.5678e-01 | 0.4002 | 6.907E+02 |
| 2.9151e-01 | 0.5064 | 6.501E+02 |

Area = 2.155E+00 m²/g

Slope = 1.211E+03

Y - Intercept = 4.051E+02

Correlation Coefficient = 0.841611

$$C = 3.989E+00$$

Langmuir Data

| P/Po | P/Po/W |
|------------|-----------|
| 1.6943e-02 | 3.166E+02 |
| 2.7285e-02 | 3.945E+02 |
| 3.2306e-02 | 3.937E+02 |
| 3.7304e-02 | 3.766E+02 |
| 4.7297e-02 | 4.297E+02 |
| 5.7306e-02 | 4.906E+02 |
| 8.2176e-02 | 5.563E+02 |
| 1.0718e-01 | 5.655E+02 |
| 1.5693e-01 | 5.727E+02 |
| 2.0680e-01 | 5.582E+02 |
| 2.5678e-01 | 5.133E+02 |
| 2.9151e-01 | 4.606E+02 |
| 4.0480e-01 | 3.659E+02 |
| 5.0508e-01 | 3.087E+02 |
| 6.0444e-01 | 2.682E+02 |
| 7.0341e-01 | 2.362E+02 |
| 8.0855e-01 | 2.087E+02 |
| 9.8421e-01 | 1.533E+02 |

Langmuir surface area = $-1.088E+01 \text{ m}^2/\text{g}$

Slope = $-3.200E+02$

Y - Intercept = $4.931E+02$

Correlation Coefficient = 0.743156

Langmuir constant K = $-6.4909E-01$

TOTAL PORE VOLUME

Total pore volume = $6.640E-05 \text{ cc/g}$ for

pores smaller than 10.3 \AA (Diameter),

at $P/Po = 0.01694$

AVERAGE PORE SIZE

Average Pore Diameter = $1.233E+00 \text{ \AA}$

BJH ADSORPTION PORE SIZE DISTRIBUTION

| Diameter Å | Pore Vol [cc/g] | Pore Surf Area [m ² /g] | Dv(d) [cc/Å/g] | Ds(d) [cc/g] | Dv(log d) [m ² /g] | Ds(log d) |
|---------------|--------------------|---------------------------------------|-------------------|-----------------|----------------------------------|-----------|
| 10.74 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 |
| 11.43 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 |
| 11.82 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 |
| 12.35 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 |
| 13.00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 |
| 14.02 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 |
| 15.38 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 |
| 17.27 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 |
| 19.73 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 |
| 22.25 | 5.765E-05 | 1.036E-01 | 2.240E-05 | 4.026E-02 | 1.146E-03 | 2.060E+00 |
| 24.49 | 2.511E-04 | 4.196E-01 | 1.020E-04 | 1.667E-01 | 5.751E-03 | 9.394E+00 |
| 29.02 | 1.015E-03 | 1.473E+00 | 1.066E-04 | 1.469E-01 | 7.085E-03 | 9.765E+00 |
| 36.81 | 1.987E-03 | 2.529E+00 | 1.155E-04 | 1.255E-01 | 9.746E-03 | 1.059E+01 |
| 46.95 | 3.139E-03 | 3.510E+00 | 9.713E-05 | 8.275E-02 | 1.044E-02 | 8.898E+00 |
| 62.28 | 4.468E-03 | 4.364E+00 | 7.067E-05 | 4.539E-02 | 1.006E-02 | 6.459E+00 |
| 91.38 | 6.020E-03 | 5.043E+00 | 3.939E-05 | 1.724E-02 | 8.159E-03 | 3.571E+00 |
| 168.00 | 7.909E-03 | 5.493E+00 | 1.660E-05 | 3.951E-03 | 6.166E-03 | 1.468E+00 |
| 731.92 | 9.726E-03 | 5.592E+00 | 1.792E-06 | 9.796E-05 | 2.453E-03 | 1.340E-01 |

AREA-VOLUME-PORE SIZE SUMMARY

SURFACE AREA DATA

Multipoint BET..... 2.155E+00 m²/g
 Langmuir Surface Area..... -1.088E+01 m²/g
 BJH Method Cumulative Adsorption Surface Area..... 5.592E+00 m²/g
 DH Method Cumulative Adsorption Surface Area..... 5.792E+00 m²/g
 t-Method External Surface Area..... 2.155E+00 m²/g
 t-Method Micro Pore Surface Area..... 0.000E+00 m²/g

PORE VOLUME DATA

Total Pore Volume for pores with Diameter
 less than 10.3 Å at P/Po = 0.01694..... 6.640E-05 cc/g
 BJH Method Cumulative Adsorption Pore Volume..... 9.726E-03 cc/g
 BJH Interpolated Cumulative Adsorption Pore Volume for pores
 in the range of 5000.0 to 0.0 Å Diameter..... 9.726E-03 cc/g
 DH Method Cumulative Adsorption Pore Volume..... 9.655E-03 cc/g
 t-Method Micro Pore Volume..... 0.000E+00 cc/g

PORE SIZE DATA

Average Pore Diameter..... 1.233E+00 Å
 BJH Method Adsorption Pore Diameter (Mode)..... 3.681E+01 Å
 DH Method Adsorption Pore Diameter (Mode)..... 3.681E+01 Å

DATA REDUCTION PARAMETERS

Thermal Transpiration : ON
 Effective Molecule Diameter (D) 4.0000 Å
 Effective Cell Stem Inner Diameter (d) 1.0000 mm
 Last Po Acquired 512.00 mm Hg
 MaxiDose : ON

Initial Fill : OFF
DoseWizard : OFF

BJH/DH Moving Average Size : 1
Thickness method : DeBoer

Interaction Constant (K) 2.9600 nm³ x kJ/mol

ADSORBATE MODEL PARAMETERS

Adsorbate Type = Nitrogen
Adsorbate Temp. = 77.3500 K
Molecular Weight = 28.0134 g/mol
Cross-Sect. Area = 16.2000 Å²/molecule
Liquid Density = 0.8060 g/cc
Critical Temp. = 126.2000 K
Critical Pressure = 33.5000 atm
Average Diameter = 0.3000 nm
Polarizability = 1.4600 (cc/molec) x 1e-24
Magnetic Suscept. = 2.0000 (cc/molec) x 1e-29
Molecular Density = 6.7000 (molec/cm³) x 1e14
Surface Tension = 8.8500 erg/cm²
Contact Angle = 0.0000 degrees
Supercritical Ads. Constant K = 1.0000

ADSORBENT MODEL PARAMETERS

Adsorbent Type = Carbon
Atom Diameter = 0.3400 nm
Polarizability = 1.0200 (cc/molecule) x 1e-24
Magnetic Suscept. = 13.5000 (cc/molecule) x 1e-29
Surface Atom Density = 38.4500 (molec/cm²) x 1e14
Adsorbent Density = 2.2460 g/cc
DR exponent (n) = 2.0000

t-Method Micropore Analysis (de Boer)

| P/Po | Thickness Å | Volume [cc/g] STP |
|------------|----------------|----------------------|
| 1.6943e-02 | 2.78 | 0.043 |
| 2.7285e-02 | 2.96 | 0.055 |
| 3.2306e-02 | 3.03 | 0.066 |
| 3.7304e-02 | 3.09 | 0.079 |
| 4.7297e-02 | 3.21 | 0.088 |
| 5.7306e-02 | 3.31 | 0.093 |
| 8.2176e-02 | 3.54 | 0.118 |
| 1.0718e-01 | 3.73 | 0.152 |
| 1.5693e-01 | 4.09 | 0.219 |
| 2.0680e-01 | 4.41 | 0.296 |
| 2.5678e-01 | 4.73 | 0.400 |
| 2.9151e-01 | 4.96 | 0.506 |
| 4.0480e-01 | 5.73 | 0.885 |
| 5.0508e-01 | 6.50 | 1.309 |
| 6.0444e-01 | 7.44 | 1.803 |

Slope = 3.629E-01

Y - Intercept = -1.129E+00 cc/g

Micro-pore volume = 0.000E+00 cc/g

Micro-pore area = 0.000E+00 m²/g

External Surface Area = 2.155E+00 m²/g

Correlation Coefficient = 0.968608

07/06/2011

Quantachrome Instruments
Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report
Autosorb 1 for Windows 1.51

File name: C:\QCADATA\PHYSDATA\FILMS INTEC DTP.raw
 Sample ID: **FILMS INTEC DTP** Description: 12 MM/ROD
 Comments:
 Operator: MONICA Sample weight: 0.2664 g
 Analysis gas: Nitrogen X sect. area: 16.2 Å²/molec Non-ideality: 6.58e-05
 Adsorbate (DRP): Nitrogen Bath Temp.: 77.30
 Outgas Temp: 90.0 °C Outgas Time: 12.0 hrs Analysis Time: 104.8 min
 P/Po tolerance: 2 Equil. time: 3 End of run: 07/05/2011 15:43
 Station #: 1 PC sw. version: 1.51 TempComp: On

Isotherm

| P/Po | Volume [cc/g] STP | P/Po | Volume [cc/g] STP |
|------------|----------------------|------------|----------------------|
| 3.3143e-02 | 0.0664 | 5.1195e-01 | 1.3599 |
| 5.8313e-02 | 0.1023 | 6.1153e-01 | 1.8442 |
| 8.3503e-02 | 0.1223 | 7.1106e-01 | 2.4205 |
| 1.0855e-01 | 0.1345 | 8.0851e-01 | 3.3994 |
| 1.3357e-01 | 0.1458 | 9.0875e-01 | 4.3321 |
| 1.8255e-01 | 0.2987 | 9.8708e-01 | 5.4551 |
| 2.5746e-01 | 0.4900 | | |
| 2.8822e-01 | 0.5679 | | |
| 3.5739e-01 | 0.7702 | | |
| 4.1322e-01 | 0.9575 | | |

MULTIPOINT BET

| P/Po | Volume [cc/g] STP | 1/(W((Po/P)-1)) |
|------------|----------------------|-----------------|
| 3.3143e-02 | 0.0664 | 4.128E+02 |
| 5.8313e-02 | 0.1023 | 4.841E+02 |
| 8.3503e-02 | 0.1223 | 5.963E+02 |
| 1.0855e-01 | 0.1345 | 7.245E+02 |
| 1.3357e-01 | 0.1458 | 8.458E+02 |
| 1.8255e-01 | 0.2987 | 5.982E+02 |
| 2.5746e-01 | 0.4900 | 5.661E+02 |
| 2.8822e-01 | 0.5679 | 5.705E+02 |

Area = 4.219E+00 m²/g

Slope = 2.635E+02

Y - Intercept = 5.621E+02

Correlation Coefficient = 0.181244

C = 1.469E+00

Langmuir Data

| P/Po | P/PoW |
|------------|-----------|
| 3.3143e-02 | 3.992E+02 |
| 5.8313e-02 | 4.559E+02 |
| 8.3503e-02 | 5.465E+02 |
| 1.0855e-01 | 6.458E+02 |
| 1.3357e-01 | 7.328E+02 |
| 1.8255e-01 | 4.890E+02 |
| 2.5746e-01 | 4.204E+02 |
| 2.8822e-01 | 4.061E+02 |
| 3.5739e-01 | 3.713E+02 |
| 4.1322e-01 | 3.453E+02 |
| 5.1195e-01 | 3.012E+02 |
| 6.1153e-01 | 2.653E+02 |
| 7.1106e-01 | 2.350E+02 |
| 8.0851e-01 | 1.903E+02 |
| 9.0875e-01 | 1.678E+02 |
| 9.8708e-01 | 1.448E+02 |

Langmuir surface area = $-7.624E+00 \text{ m}^2/\text{g}$

Slope = $-4.568E+02$

Y - Intercept = $5.666E+02$

Correlation Coefficient = 0.866034

Langmuir constant K = $-8.0619E-01$

TOTAL PORE VOLUME

Total pore volume = $1.030E-04 \text{ cc/g}$ for

pores smaller than 11.7 \AA (Diameter),

at $P/Po = 0.03314$

AVERAGE PORE SIZE

Average Pore Diameter = $9.768E-01 \text{ \AA}$

BJH ADSORPTION PORE SIZE DISTRIBUTION

| Diameter Å | Pore Vol [cc/g] | Pore Surf Area [m ² /g] | Dv(d) [cc/Å/g] | Ds(d) [cc/g] | Dv(log d) [m ² /g] | Ds(log d) |
|---------------|--------------------|---------------------------------------|-------------------|-----------------|----------------------------------|-----------|
| 12.54 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 |
| 14.09 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 |
| 15.45 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 |
| 16.73 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 | 0.000E+00 |
| 18.56 | 2.502E-04 | 5.394E-01 | 1.040E-04 | 2.241E-01 | 4.436E-03 | 9.562E+00 |
| 21.67 | 4.954E-04 | 9.920E-01 | 6.426E-05 | 1.186E-01 | 3.197E-03 | 5.903E+00 |
| 24.41 | 6.012E-04 | 1.165E+00 | 6.317E-05 | 1.035E-01 | 3.550E-03 | 5.816E+00 |
| 27.32 | 9.535E-04 | 1.681E+00 | 8.528E-05 | 1.249E-01 | 5.354E-03 | 7.839E+00 |
| 31.30 | 1.325E-03 | 2.156E+00 | 9.686E-05 | 1.238E-01 | 6.973E-03 | 8.910E+00 |
| 37.46 | 2.206E-03 | 3.097E+00 | 1.038E-04 | 1.109E-01 | 8.919E-03 | 9.524E+00 |
| 47.82 | 3.288E-03 | 4.002E+00 | 8.839E-05 | 7.394E-02 | 9.679E-03 | 8.097E+00 |
| 63.78 | 4.548E-03 | 4.792E+00 | 6.401E-05 | 4.014E-02 | 9.325E-03 | 5.848E+00 |
| 92.34 | 6.734E-03 | 5.739E+00 | 5.842E-05 | 2.531E-02 | 1.225E-02 | 5.307E+00 |
| 169.10 | 8.588E-03 | 6.178E+00 | 1.596E-05 | 3.776E-03 | 5.963E-03 | 1.410E+00 |
| 868.06 | 1.044E-02 | 6.263E+00 | 1.448E-06 | 6.672E-05 | 2.257E-03 | 1.040E-01 |

AREA-VOLUME-PORE SIZE SUMMARY

SURFACE AREA DATA

Multipoint BET..... 4.219E+00 m²/g
 Langmuir Surface Area..... -7.624E+00 m²/g
 BJH Method Cumulative Adsorption Surface Area..... 6.263E+00 m²/g
 DH Method Cumulative Adsorption Surface Area..... 6.433E+00 m²/g

PORE VOLUME DATA

Total Pore Volume for pores with Diameter
 less than 11.7 Å at P/Po = 0.03314..... 1.030E-04 cc/g
 BJH Method Cumulative Adsorption Pore Volume..... 1.044E-02 cc/g
 BJH Interpolated Cumulative Adsorption Pore Volume for pores
 in the range of 5000.0 to 0.0 Å Diameter..... 1.044E-02 cc/g
 DH Method Cumulative Adsorption Pore Volume..... 1.033E-02 cc/g

PORE SIZE DATA

Average Pore Diameter..... 9.768E-01 Å
 BJH Method Adsorption Pore Diameter (Mode)..... 1.856E+01 Å
 DH Method Adsorption Pore Diameter (Mode)..... 3.746E+01 Å

DATA REDUCTION PARAMETERS

Thermal Transpiration : ON
 Effective Molecule Diameter (D) 4.0000 Å
 Effective Cell Stem Inner Diameter (d) 1.0000 mm
 Last Po Acquired 512.00 mm Hg
 MaxiDose : ON
 Initial Fill : OFF
 DoseWizard : OFF

BJH/DH Moving Average Size : 1
 Thickness method : DeBoer

Interaction Constant (K) $2.9600 \text{ nm}^3 \times \text{kJ/mol}$

ADSORBATE MODEL PARAMETERS

Adsorbate Type = Nitrogen
Adsorbate Temp. = 77.3500 K
Molecular Weight = 28.0134 g/mol
Cross-Sect. Area = 16.2000 Å²/molecule
Liquid Density = 0.8060 g/cc
Critical Temp. = 126.2000 K
Critical Pressure = 33.5000 atm
Average Diameter = 0.3000 nm
Polarizability = 1.4600 (cc/molec) $\times 10^{-24}$
Magnetic Suscept. = 2.0000 (cc/molec) $\times 10^{-29}$
Molecular Density = 6.7000 (molec/cm²) $\times 10^{14}$
Surface Tension = 8.8500 erg/cm²
Contact Angle = 0.0000 degrees
Supercritical Ads. Constant K = 1.0000

ADSORBENT MODEL PARAMETERS

Adsorbent Type = Carbon
Atom Diameter = 0.3400 nm
Polarizability = 1.0200 (cc/molecule) $\times 10^{-24}$
Magnetic Suscept. = 13.5000 (cc/molecule) $\times 10^{-29}$
Surface Atom Density = 38.4500 (molec/cm²) $\times 10^{14}$
Adsorbent Density = 2.2460 g/cc
DR exponent (n) = 2.0000

Tablas de datos

| Films de partículas de 300nm de diámetro | | | | | | | | | |
|---|--------------|--------------|---|--------------|--------------|--------------|---|--------------|--------------|
| S = 0.36 cm ² , P = 0.4 Kg/cm ² | | | S = 0.25 cm ² , P = 0.3 Kg/cm ² | | | | S = 0.16 cm ² , P = 0.3 Kg/cm ² | | |
| Volumen (ml) | tiempo (s) 1 | tiempo (s) 2 | Volumen (ml) | tiempo (s) 1 | tiempo (s) 2 | tiempo (s) 3 | Volumen (ml) | tiempo (s) 1 | tiempo (s) 2 |
| 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 10 | 33 | 116 | 10 | 141 | 267 | 308 | 10 | 87 | 225 |
| 20 | 72 | 295 | 20 | 300 | 579 | 635 | 20 | - | 526 |
| 30 | 113 | 538 | 30 | 482 | 896 | 998 | 30 | 332 | 800 |
| 40 | 157 | 862 | 40 | 682 | 1223 | 1376 | 40 | 472 | 1370 |
| 50 | 201 | 1218 | 50 | 917 | 1572 | 1768 | 50 | 635 | 1891 |
| 60 | 247 | 1586 | 60 | 1159 | 1868 | 2161 | 60 | 810 | 2463 |
| 70 | 294 | 1971 | 70 | 1405 | 2208 | - | 70 | 1000 | 3181 |
| 80 | 410 | | 80 | 1672 | | | 80 | 1225 | |
| 90 | 589 | | 90 | 1984 | | | 90 | 1526 | |
| 100 | 832 | | 100 | 2301 | | | 100 | 1800 | |
| 110 | 1156 | | 110 | 2628 | | | 110 | 2370 | |
| 120 | 1512 | | 120 | 2977 | | | 120 | 2891 | |
| 130 | 1880 | | 130 | 3273 | | | 130 | 3463 | |
| 140 | 2265 | | 140 | 3613 | | | 140 | 4181 | |
| | | | 150 | 3921 | | | | | |
| | | | 160 | 4248 | | | | | |
| | | | 170 | 4611 | | | | | |
| | | | 180 | 4989 | | | | | |
| | | | 190 | 5381 | | | | | |
| | | | 200 | 5774 | | | | | |

| Films de partículas de 300nm de diámetro | | | | | | | |
|---|--------------|--------------|--------------|---|--------------|--------------|--------------|
| S = 0.36 cm ² , P = 0.3 Kg/cm ² | | | | S = 0.25 cm ² , P = 0.3 Kg/cm ² | | | |
| Volumen (ml) | tiempo (s) 1 | tiempo (s) 2 | tiempo (s) 3 | Volumen (ml) | tiempo (s) 1 | tiempo (s) 2 | tiempo (s) 3 |
| 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 10 | 119 | 148 | 168 | 10 | 171 | 284 | 455 |
| 20 | 248 | 369 | 398 | 20 | 379 | 598 | 962 |
| 30 | 402 | 488 | 718 | 30 | 601 | 915 | 1472 |
| 40 | 565 | 703 | 1116 | 40 | 885 | | |
| 50 | 734 | 969 | 1591 | 50 | 1199 | | |
| 60 | 910 | 1228 | 2117 | 60 | 1516 | | |
| 70 | 1058 | | | 70 | 1971 | | |
| 80 | 1279 | | | 80 | 2478 | | |
| 90 | 1398 | | | 90 | 2988 | | |
| 100 | 1613 | | | | | | |
| 110 | 1879 | | | | | | |
| 120 | 2138 | | | | | | |
| 130 | 2306 | | | | | | |
| 140 | 2536 | | | | | | |
| 150 | 2856 | | | | | | |
| 160 | 3254 | | | | | | |
| 170 | 3729 | | | | | | |
| 180 | 4255 | | | | | | |

| Films de partículas de 500nm de diámetro | | | | | | |
|---|--------------|--------------|--|--------------|--------------|--------------|
| S = 0.56 cm ² , P = 0.3 Kg/cm ² | | | S = 0.385 cm ² , P = 0.3 Kg/cm ² | | | |
| Volumen (ml) | tiempo (s) 1 | tiempo (s) 2 | Volumen (ml) | tiempo (s) 1 | tiempo (s) 2 | tiempo (s) 3 |
| 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 10 | 69 | 155 | 10 | 236 | 192 | 146 |
| 20 | 152 | 359 | 20 | 455 | 377 | 284 |
| 30 | 247 | 605 | 30 | 665 | 582 | 407 |
| 40 | 344 | 890 | 40 | 851 | 735 | 544 |
| 50 | 448 | 1218 | 50 | 1008 | 892 | 681 |
| 60 | 559 | 1571 | 60 | 1149 | 1044 | 810 |
| 70 | 673 | 1921 | 70 | 1290 | 1192 | 948 |
| 80 | 828 | | 80 | 1482 | | |
| 90 | 1032 | | 90 | 1667 | | |
| 100 | 1278 | | 100 | 1872 | | |
| 110 | 1563 | | 110 | 2025 | | |
| 120 | 1891 | | 120 | 2182 | | |
| 130 | 2244 | | 130 | 2334 | | |
| 140 | 2594 | | 140 | 2482 | | |
| | | | 150 | 2628 | | |
| | | | 160 | 2766 | | |
| | | | 170 | 2889 | | |
| | | | 180 | 3026 | | |
| | | | 190 | 3163 | | |
| | | | 200 | 3292 | | |

| Films de partículas de 500nm de diámetro | | | | | | | | | |
|---|--------------|--------------|--------------|--------------|--|--------------|--------------|--------------|--------------|
| S = 0.55 cm ² , P = 0.3 Kg/cm ² | | | | | S = 0.385 cm ² , P = 0.3 Kg/cm ² | | | | |
| Volumen (ml) | tiempo (s) 1 | tiempo (s) 2 | tiempo (s) 3 | tiempo (s) 4 | Volumen (ml) | tiempo (s) 1 | tiempo (s) 2 | tiempo (s) 3 | tiempo (s) 4 |
| 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 10 | 141 | 47 | 53 | 54 | 10 | 570 | 263 | 284 | 259 |
| 20 | 300 | 98 | 105 | 104 | 20 | 1047 | 530 | 573 | 528 |
| 30 | 482 | 152 | 157 | 165 | 30 | 1454 | 820 | 863 | 783 |
| 40 | 682 | 206 | 211 | 219 | 40 | 1795 | 1108 | 1151 | 1044 |
| 50 | 917 | 260 | 264 | 276 | 50 | 2128 | 1390 | 1448 | 1296 |
| 60 | 1159 | 316 | 318 | 331 | 60 | 2425 | 1671 | 1735 | 1555 |
| 70 | 1405 | 374 | 373 | 390 | 70 | 2716 | 1950 | 2022 | 1808 |
| 80 | 1452 | | | | 80 | 2979 | | | |
| 90 | 1503 | | | | 90 | 3246 | | | |
| 100 | 1557 | | | | 100 | 3536 | | | |
| 110 | 1611 | | | | 110 | 3824 | | | |
| 120 | 1665 | | | | 120 | 4106 | | | |
| 130 | 1721 | | | | 130 | 4387 | | | |
| 140 | 1779 | | | | 140 | 4666 | | | |
| 150 | 1832 | | | | 150 | 4950 | | | |
| 160 | 1884 | | | | 160 | 5239 | | | |
| 170 | 1936 | | | | 170 | 5529 | | | |
| 180 | 1990 | | | | 180 | 5817 | | | |
| 190 | 2043 | | | | 190 | 6114 | | | |
| 200 | 2097 | | | | 200 | 6401 | | | |
| 210 | 2151 | | | | 210 | 6660 | | | |
| 220 | 2201 | | | | 220 | 6929 | | | |
| 230 | 2262 | | | | 230 | 7184 | | | |
| 240 | 2316 | | | | 240 | 7445 | | | |
| 250 | 2373 | | | | 250 | 7697 | | | |
| 260 | 2428 | | | | 260 | 7956 | | | |

| Films de partículas de 500nm de diámetro | | | | |
|--|--------------|--------------|--------------|--------------|
| S = 0,6 cm ² , P = 0.3 Kg/cm ² | | | | |
| Volumen (ml) | tiempo (s) 1 | tiempo (s) 2 | tiempo (s) 3 | tiempo (s) 4 |
| 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 10 | 23 | 23 | 23 | 18 |
| 20 | 48 | 49 | 49 | 38 |
| 30 | 75 | 78 | 75 | 60 |
| 40 | 105 | 108 | 103 | 85 |
| 50 | 137 | 138 | 131 | 108 |
| 60 | 168 | 168 | 161 | 140 |
| 70 | 201 | 200 | 186 | 163 |
| 80 | 236 | 230 | 221 | 187 |
| 90 | 271 | 263 | 239 | 211 |

| Films de partículas de 300nm de diámetro | | | | |
|--|--------------|--------------|--------------|--------------|
| S = 0,285 cm ² , P = 0.4 Kg/cm ² | | | | |
| Volumen (ml) | tiempo (s) 1 | tiempo (s) 2 | tiempo (s) 3 | tiempo (s) 4 |
| 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 10 | 20 | 19 | 13 | 14 |
| 20 | 41 | 40 | 27 | 29 |
| 30 | 66 | 63 | 44 | 46 |
| 40 | 91 | 88 | 62 | 64 |
| 50 | 115 | 115 | 79 | 81 |
| 60 | 141 | 140 | 96 | 98 |
| 70 | 166 | 174 | 113 | 115 |
| 80 | 192 | 204 | 130 | 132 |
| 90 | 219 | 230 | 146 | 148 |

Bibliografía

INFORMACIÓN GENERAL

Apuntes ETSEIB transporte de fluidos

Apuntes ETSEIB medio ambiente

Apuntes ETSEIB Química orgánica / Química inorgánica

PROCESO DE FABRICACIÓN

Jiang et al., 1999 (St, NOA 60, MMA)

Johnson et al., 1999 (DVB, etilenglicol dimetacrilato, EDMA)

Gates et al., 1999 (acrilato/metacrilato, NOA 60)

Stober et al., 1968

Kang et al., 2001

N. Hilal et al. / Desalination 206 (2007) 568-578

ÁREA SUPERFICIAL

Manual máquina área superficial (COULTER SA 3100 Series Surface Area and Pore Size Analyzers)

Gregg and Sing Surface Area

PERMEABILIDAD

Basic Principles of Membrane Technology, Marcel Mulder

Macromolecular Reaction Engineering

Capítulo sobre el cálculo de R_m de la tesis de la Doctora María Marta Fidalgo

RETENCIÓN DE MACROMOLÉCULAS

User's Manual TOC (TOC-V CPH/CPN)

Agradecimientos

Doctora M. Marta Fidalgo, directora departamento de ingeniería química del ITBA

Natalia Casís, grupo de polímeros del CONICET de Santa Fe

Mauro Vanarelli, técnico de laboratorio del ITBA

Diana A. Estenoz, directora del grupo de polímeros del CONICET de Santa Fe

Marina Romanello, estudiante de doctorado en ITBA

Daniel Canale, preceptor de la escuela Industrial de Santa Fe